(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



(43) 国際公開日 2003年1月30日(30.01.2003)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 03/008359 A1

(51) 国際特許分類7:

C04B 37/00, H01L 21/68

婴川町 北方1-1 イビデン株式会社内 Gifu (JP). 尾崎

(21) 国際出願番号:

PCT/JP02/07362

淳 (OZAKI,Jun) [JP/JP]; 〒501-0601 岐阜県 揖斐郡揖 斐川町 北方1-1 イビデン株式会社内 Gifu (JP).

(22) 国際出願日:

2002年7月19日(19.07.2002)

(74) 代理人: 小川 順三, 外(OGAWA, Junzo et al.); 〒104-0061 東京都中央区銀座2丁目8番9号木挽館銀座

(25) 国際出願の官語:

日本語

ピル Tokyo (JP).

(26) 国際公開の言語:

日本語

(81) 指定国 (国内): CN, JP, KR, US.

(30) 優先権データ:

2001年7月19日(19.07.2001) 特願2001-220385

(84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL,

PT, SE, SK, TR).

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): イビデ ン株式会社 (IBIDEN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒503-0917 岐阜県 大垣市 神田町2丁目1番地 Gifu (JP).

添付公開書類:

国際調査報告書

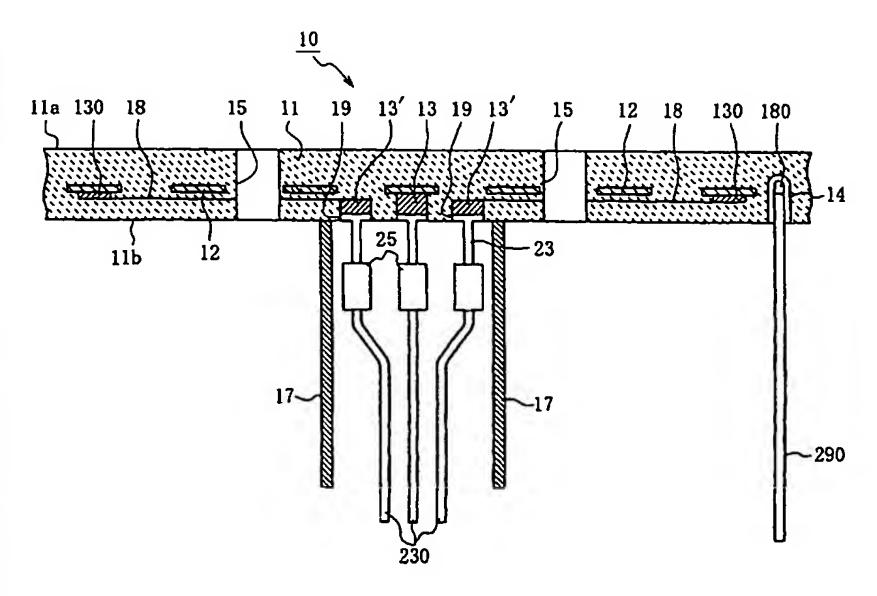
(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 伊藤 康隆 (ITO, Yasutaka) [JP/JP]; 〒501-0601 岐阜県 揖斐郡揖

2文字コード及び他の略語については、 定期発行される 各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語 のガイダンスノート」を参照。

(54) Title: CERAMIC CONNECTION BODY, METHOD OF CONNECTING THE CERAMIC BODIES, AND CERAMIC STRUCTURAL BODY

(54) 発明の名称: セラミック接合体およびその接合方法、セラミック構造体



(57) Abstract: A ceramic connection body effectively used for a semiconductor manufacturing and inspecting device including a hot plate, a method of connecting the ceramic bodies to each other, and a ceramic structural body, the ceramic connection body formed of ceramic bodies connected to each other wherein coarse pores having an average diameter larger than the average particle size of ceramic particles forming the ceramic body and 2000 μ m or less are formed in a connection boundary surface between one ceramic body and the other ceramic body.

WO 03/008359

(57) 要約:

ホットプレート等を含む半導体製造・検査装置に用いて有効なセラミック接合体ならびにセラミック構造体を提案することを目的とし、セラミック体どうしを接合してなる接合体において、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなるセラミック接合体、およびセラミックどうしを接合する方法を提案する。

明 細 曹

セラミック接合体およびその接合方法、セラミック構造体

5 技術分野

本発明は、セラミック接合体とその接合方法およびセラミック構造体に関し、とくに、光・通信分野における温度制御素子、ホットプレート(セラミックヒータ)や静電チャック、サセプタなどの半導体製造・検査装置に用いられる基板、たとえば、内部に導電体が設けられているようなセラミック基板、ならびにこの基板の底面に、セラミック製筒状部材を接合してなるセラミック構造体に関するものである。

背景技術

10

20

エッチング装置や化学的気相成長装置等を含む半導体製造・検査装置には、従 15 来、ステンレス鋼やアルミニウム合金などの金属製基材を用いたヒータや静電チャック等が用いられてきた。

例えば、金属製基板のヒータは、以下のような問題があった。それは、基板が金属製であるため、その基板の厚みを 15 mm 程度と厚くしなければならないことにある。なぜなら、薄い金属板では、加熱に起因する熱膨張により、反り、歪み等が発生してしまい、金属板上に載置したシリコンウエハが破損したり傾いたりしてしまうからである。一方で、この基板は、その厚みを厚くすると、ヒータの重量が重くなるし、嵩張ってしまう。さらに、金属製基板のヒータは、抵抗発熱体に印加する電圧や電流量を変えることにより、シリコンウエハ等の被加熱物を加熱する側の面(以下、加熱面という)の温度を制御するとき、厚みが厚いために、電圧や電流量の変化に対して基板の温度が迅速に追従せず、温度制御がしにくいという問題があった。

これに対し、従来、特開平4-324276号公報などでは、前記金属製基板

に代え、熱伝導率が高く強度の大きい非酸化物セラミック、例えば窒化アルミニウム等からなるホットプレート(セラミックヒータ)が提案されている。このホットプレートは、セラミック基板中に抵抗発熱体とタングステンからなるスルーホールとを形成し、外部端子としてニクロム線をろう付けしたものである。

5 このようなセラミック製のホットプレートでは、高温における機械的強度が大きいセラミック基板を用いているため、基板の厚みを薄くすることができると共に、熱容量を小さくすることができ、その結果、電圧や電流量の変化に対して基板の温度を迅速に追従させることができるという利点がある。

また、このようなホットプレートでは、特開平2000-114355号公報に開示されているように、円筒状のセラミックと円板状のセラミックを、耐熱性接着剤やセラミック接合層等を介して接合したり、接合面に接合助剤を含有する溶液を塗布して接合したりして、半導体製造工程に用いる反応性ガスやハロゲンガス等から外部端子等の配線を保護する手段がとられていた。なお、セラミックの接合方法としては、その他に特許第2783980号公報に開示されているような方法がある。

10

15

ところが、耐熱性接着剤やセラミック接合層等を介してセラミック製円筒と円板状のセラミック板とを接合したものでは、その接合体をホットプレートに適用した場合、耐腐食性が不十分なために、反応性ガスやハロゲンガス等に長期間曝され続けていると、接合部が腐食してしまって使用することができなくなる他、セラミック粒子が脱落してシリコンウエハに付着し、パーティクル発生の原因となることがあった。また、熱衝撃で円板状セラミックが割れると、クラックがセラミック筒にまで進展し、配線やその配線が接続する装置部分まで腐食されるという問題があった。

この発明の目的は、光・通信分野における温度制御素子、ホットプレート等を 25 含む半導体製造・検査装置に用いて有効なセラミック接合体ならびにセラミック 構造体を提案することにある。

この発明の他の目的は、半導体製造・検査時に腐食性ガスに長期に亘って曝さ

れても、セラミックどうしの接合部が腐食され、パーティクルを発生することがないセラミック接合体ならびにセラミック構造体を提案するところにある。

この発明のさらに他の目的は、熱衝撃による一のセラミックの割れが接合すべき他のセラミックの割れに進展しないようなセラミック接合体ならびにセラミック構造体を提案することにある。

この発明のさらに他の目的は、セラミック接合体どうしを上記の目的を達成して接合できる方法を提案するところにある。

発明の開示

20

10 発明者らは、従来技術が抱えている上述した問題点に鑑み、その解決に向けて 鋭意研究を行った結果、これらの問題点は、セラミック接合界面の構造を緻密に する(特許第2783980号)ことよりも、逆に、粗い気孔を積極的に導入し て多孔質にした場合、反応性ガスによる接合界面の侵食を効果的に防止でき、し かも、熱衝撃によって一方のセラミック体に生じたクラックが、これと接合した 15 他方のセラミック体まで進展するのを効果的に阻止できることをつきとめた。さ らに、このような接合構造は、半導体製造・検査装置のみならず、各種セラミッ ク製品にも応用できることを知見し、本発明を完成させるに至った。

また、本発明によれば、一方のセラミック体から他方のセラミック体への熱伝達を抑制することにより、一方のセラミック体の温度低下を最小限に止めることができるという効果があることを知見した。

すなわち、本発明は第1に、セラミック体どうしを接合してなる接合体において、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面に、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体を提案する。

具体的には、この発明は、一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、前記一のセラミック体と前記他のセラミック体との接合界面には、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、気孔が形成されてなる形態、もしくは、

一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、各セラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面に存在するものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、その接合界面には気孔が形成されてなる形態であることが好ましい。

なお、この発明において前記気孔は、その断面形状が扁平であることが望ましい。また、この気孔は、2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔であることが好ましい。

また、本発明は第2に、セラミック体どうしを接合してなる接合体において、 10 一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体 を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μm以下 の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体を提 案する。

具体的には、この発明は、一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、これらのセラミック体の接合界面に接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成してなる形態、もしくは、

一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、各セラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面に存在するものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、その接合界面には平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなる形態が好ましい。

25 本発明は第3に、セラミック体どうしを接合してなる接合体において、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ

粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体を提案する。

具体的には、この発明は、一のセラミック体に他のセラミック体を接合してな るセラミック接合体において、前記一のセラミック体と前記他のセラミック体と の接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、平均直径がセ ラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以 下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなる形態、もしくは、

一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体におい て、各セラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面に存在す るものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック体中 にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、平均直 径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなる形態が好ましい。

10

15

なお、この発明において、接合界面に形成された前記粗気孔は、セラミック体 中の開気孔または閉気孔とは別に、一のセラミック体の表面と他のセラミック体 の表面および粒成長によって生成したセラミック成長粒子との間で形成されたガ ス入り空隙であることが好ましく、また、このような粗気孔を接合界面に生成さ せるために、該セラミック体の各接合面の面粗度を、JIS B0601 Rmax =0.1 μm以上にすることが好ましく、そして、この発明は、光・通信分野にお ける温度制御素子、半導体製造・検査装置、とくに、ホットプレート(セラミッ クヒータ)、静電チャック、サセプタなどに適用して用いられ、プラズマCVD、 スパッタリング装置などに組み込まれて用いられる構造体であることが好ましい。 また、本発明は第4に、内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミ ック体とを接合してなるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記 セラミック体との接合界面に、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミッ 25 ク構造体を提案する。

具体的にはこの発明は、内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミ ック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板とセラミッ

ク体との接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、気孔が 形成されてなる形態、もしくは、

内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなる セラミック構造体において、セラミック基板およびセラミック体を構成している セラミック粒子のうちの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方の セラミック基板およびセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されている と共に、かかる接合界面には、気孔が形成されてなる形態であることが好ましい。 なお、この発明において、気孔はその断面形状が扁平であることが望ましく、 また、気孔は、2000 μm以下の大きさの粗気孔であることが好ましい。

10 本発明は第5に、内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記セラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体を提案する。

具体的には、この発明は、内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板とセラミック体との接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなる形態、もしくは、

20 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板およびセラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック基板およびセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒 子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなる形態であることが好ましい。

本発明は第6に、内部に導電体が設けられたセラミック基板とセラミック体とを

接合してなるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記セラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体を提案する。

5 具体的にはこの発明は、内部に導電体が設けられたセラミック基板とセラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板とセラミック体との接合界面に、接合助剤層を設けてなると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなる形態、、もしくは、

内部に導電体が設けられたセラミック基板とセラミック体を接合してなるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記セラミック体との接合界面に、セラミック基板およびセラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック基板およびセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、平均直径がセラミック基板もしくはセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなること形態であることが好ましい。

なお、上記各発明において、接合界面に形成された前記粗気孔は、セラミック 基板ならびにセラミック体中に通常生成する開気孔または閉気孔とは異なり、こ 20 れとは別に、接合助剤層中に存在しており、該接合助剤層、セラミック基板の表 面およびセラミック体の表面により構成されているもの、もしくは、セラミック 基板の表面とセラミック体の表面および粒成長によって生成したセラミック成長 粒子との間で形成されたものであって、その断面形状が扁平(図10、11参 照)であるものが好ましい。

25 また、前記粗気孔は、ガス入り空隙であること、前記セラミック体は、セラミック基板内部の導電体と電気的に接続される導体を当該セラミック体の内部に埋設するか、筒状セラミック体の筒内部に収容したものであること、前記セラミッ

ク粒子は、窒化アルミニウムまたは窒化珪素からなり、そして前記接合助剤がイットリウム化合物およびイッテルビウム化合物から選ばれる一種以上であること、がそれぞれ好ましい実施の形態である。

本発明の上述したセラミック接合体は、一のセラミック体と他のセラミック体とを接合するに当たり、いずれか少なくとも一方のセラミック体の接合面をまず 鏡面研磨してRmax 0.1 μm未満とし、次いでその鏡面を今度はプラフット処理 してRmax を 0.1μm以上、Raを 0.1 μmを越える粗度とし、直接もしくはそ の接合面にイットリウム化合物および/またはイッテルビウム化合物を用いる接合 助剤を塗布し、1800 ℃以下の温度で焼成することによって接合することができる。

10

15

20

上述したところから明らかなように、本発明の特徴は、セラミック体の接合界面の面粗度(Rmax)を大きくし、このことによって、接合界面には空気等のガスが充填された気孔を形成しやすくし、その気孔の存在によって、ハロゲンやCF4などの腐食性のプラズマガスが侵入した場合でも、これらの侵入ガスが該粗気孔中の酸素、窒素、アルゴンと衝突して失活し、腐食の進行を阻止できるようにしたことにある。しかも、本発明によれば、熱衝撃で一方のセラミック体等にクラックが発生しても、そのクラックの進展が、接合界面の前記気孔部分で停止するため、他方のセラミック体等にまで及びにくいという作用をも発揮するのである。

さらに、本発明では、セラミック体同士(セラミック基板とセラミック体の) 界面に沿って断面扁平形状の空隙を設けているため、一方のセラミック体(セラミック基板)から他方のセラミック体への熱伝導を阻害して熱抵抗になっている。 このため、セラミック体(セラミック基板)の温度均一性が低下しない、という 利点もある。この点、気孔形状が扁平でなければ、熱抵抗の機能が低下してしまい、セラミック体(セラミック基板)の温度が接合部分の裏面で低下してしまう。

接合界面に沿って形成する断面扁平形状の気孔のアスペクト比(気孔の界面方 25 向の長さし、界面に垂直方向の厚さ1)はL/1>1である。

なお、面粗度を大きくする理由は、接合界面積がその分だけ大きくなるので、接合強度の低下をある程度抑制できることを意味しており、それ故に、気孔を積

極的に形成しても、直ちに接合強度の低下にはつながらないという利点がある。

また、本発明において、接合界面に接合助剤層を形成する場合には、この接合助剤層中に前記気孔を形成することが望ましい。このような接合助剤層は、接合助剤を主成分として成形したものの他、接合助剤の濃度が相対的に多い層状領域をも指す。例えば、図10に AlNどうしの接合界面の電子顕微鏡写真において、中央の接合界面における黒い部分は前記気孔であり、一方、白い不連続の部分はイットリウム化合物である接合助剤層を示している。

これらの気孔は、その平均直径が、セラミック体を構成している各セラミック粒子単体の平均直径よりも大きく、2000 μ m以下にした粗気孔であることが好ましい。そして、前記接合助剤層の厚さは $0.1\sim100~\mu$ m 程度とすることが好ましい。それは、この接合助剤層の存在によってセラミック体どうしを接着させるのであるから、この程度の厚みにすることが望ましい。好ましくは、 $1\sim50~\mu$ m 程度である。なお、前記気孔の平均直径とは、接合界面の断面を電子顕微鏡で 1~0 箇所撮影して、各撮影映像の気孔の断面直径を測定し、これらの平均を平均気孔径とした。

10

15

20

25

また、図11は、Rmax が 0.1μm 以上の表面粗度を有する一のセラミック体中のセラミック粒子が、接合界面を超えて他のセラミック体の中に粒成長によって侵入した構造の接合界面の電子顕微鏡写真である。この場合の接合界面にも前記粗気孔が形成されている。すなわち、セラミック体 (A1N) のセラミック粒子が接合界面を超えて他のセラミック体に粒成長によって互いに侵入し合っているが、この例では、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面には接合助剤層が存在せず、粒成長セラミックな子が大きく成長して互いのセラミック体中に入り込んで一体化し、境界が消滅した状態になるようにすることによって、両者が強固に接合しているのである。しかも、このような接合過程でできた粗気孔は、セラミック体の表面および成長粒子との各境界部にわたって生成したものである。

ところで、前記接合界面にできた前記粗気孔は、セラミック体の表面に形成されている開気孔や閉気孔ではなく、これらとは明確に区別されるものであって、

一のセラミック体の表面と他のセラミック体の表面および粒成長したセラミック 粒子との間で熱処理時に新たに生成し、形成されたものである。

前記セラミックとしては、窒化アルミニウムまたは窒化珪素が好適に用いられ、 前記接合助剤としては、イットリウム化合物およびイッテルビウム化合物等を用 いることが望ましい。イットリウム化合物およびイッテルビウム化合物は、窒化 アルミニウムまたは窒化珪素の焼結助剤であり、粒成長させやすいという利点が ある。

前記粗気孔は、平均直径が 2000 μm以下のものを上限とする。もし、その粗 気孔の平均直径が 2000 μmを超える気孔が存在すると接合強度が低下し、また、 クラックも進展してしまう。なお、直径は、断面視直径であり、接合界面の断面 を電子顕微鏡で撮影し、気孔の長さを測定して決定する。このような撮影を任意 の10箇所で行ない、得られた断面視直径を平均する。

10

15

20

25

一方、この粗気孔は、その平均直径が個々のセラミック粒子の平均直径以下では、腐食の進行を阻止することができず、また、クラックの進展を止められないからである。クラックは、粒子境界に沿って進展するため、粗気孔の平均気孔径が粒子径より小さい場合、クラックの進展が止められなくなるからである。

なお、セラミック粒子の平均直径の測定は、破断面または研磨面を電子顕微鏡で10枚撮影して行う。セラミック粒子は球形とは限らないため、最大直径と最小直径を測定して平均する。各撮影映像中の粒子径を平均して、セラミック粒子の平均直径とする。一般に、セラミック粒子の直径は、原料粉末の直径よりも大きいのが普通である。粒子が焼結により成長するためである。かかるセラミック粒子の平均直径は、 $0.5\sim50~\mu$ mが望ましく、特に $1\sim20~\mu$ mが最適である。その理由は、 $0.5~\mu$ m以下では、粒子境界の存在で熱伝導率、強度が低下し、逆に $50~\mu$ mを超えると粒成長の際に格子欠陥を生じさせるため、熱伝導率、強度が低下するからである。

また、粗気孔は、平均直径が個々のセラミック粒子の平均直径の1/2を超える大きさであると共に、2000 μm以下としたものが、セラミック体同士の熱伝導

を防止する上で最適である。気孔の平均直径が、セラミック粒子の平均直径の1 / 2未満では、セラミック結晶格子により熱伝導してしまい、逆に 2000 μmを 超えると伝導ではなく、輻射や放射により熱が伝導してしまうため、やはり熱伝 導を防止できないのである。熱伝導という観点では、上記範囲が最適である。

本発明において、上記セラミック接合体を製造する場合、下記の接合方法が有 5 利に適合する。

方法1:まず、セラミック体の表面を鏡面研磨し、JIS R0601 Rmax を 0.1 μ m未満の鏡面とし、その後、サンドプラスト処理して J I S R O 6 O 1 Rmax を 0.1 μm以上の粗面とする。この時、Raも 0.1 μmを越えるもの 10 とすることが望ましい。次に、前記一のセラミック体および/または前記他のセ ラミック体の接合界面となる部分に、イットリウム化合物およびイッテルビウム 化合物から選ばれた一種以上の接合助剤の溶液を 0.30 mol/1以上の濃度で塗布 し、ついで 1800 ℃以下で焼成する。なお、この場合において、上記の数値を超 えて接合助剤の濃度を高くし、または焼成温度を低くすると、接合助剤の拡散が 進行しにくくなり粒子の凝集が起こる。

すなわち、本発明は、このような接合方法を採用することにより、接合助剤層 中に粗気孔を発生させて導入することができる。一方で、このとき、この接合助 剤層中にはセラミック体中の粒子が成長して侵入してくるため、セラミック体ど うしはその接合助剤層を介してより一層強固に結合するのである。

15

方法2:まず、セラミック体の表面を研磨し、JIS B0601 Rmax を 20 0.1 μm未満の鏡面とし、その後、サンドブラスト処理して、JIS BO60 1 Rmax を 0.1 μm以上の粗面とする。次いで、前記一のセラミック体および /または前記他のセラミック体の接合界面となる表面に、イットリウム化合物お よびイッテルビウム化合物などの接合助剤の溶液を 0.20 mol/1以下の濃度で塗 布し、ついで 1800 ℃以下で焼成する。このように、接合助剤の濃度を低くし、 焼成温度も低くした場合には、セラミック粒子の成長が部分的となって、気孔が 発生する。しかしながら、粒成長自体は進行して接合界面を超えて相互に侵入し

合い、境界が見えなくなるまで一体化して結合する。

ところで、特許第2783980号では、面粗度について、平均粗さRaに着目して $0.1~\mu$ m以下としているが、本発明では、最大粗さRmax に着目している。 Ra は平均面粗さであり、Rmax は、最大の山と谷との高低差であり、異なっている。本発明においては、上述した粗気孔を導入しやすくするために、Rmax 表示を採用し、そのRmax を $0.1~\mu$ mを超えるように調整することにしたのである。 セラミック体表面の表面粗度がRa: $0.1~\mu$ m程度ではほぼ完全な鏡面であり、これでは本発明に必要な気孔が形成できない。

また、特許第2783980号では、この接合助剤の濃度を 0.26 mo1/1とし ており、また、焼成温度も 1850 ℃以上と高いが、本発明では、焼成温度 1800 ℃ 以下、好ましくは 1750 ℃以下と低くし、かつ接合助剤の濃度を大幅に高く 0.30 mo1/1以上とするか、逆に 0.20 mo1/1以下とすることで、接合界面に望ましい大きさの気孔を発生させて、耐腐食性およびクラックの進展防止を達成するのである。

15 なお、接合助剤は濃度を 0.20~0.30 mol/1の範囲にすると、接合助剤が迅速に拡散し、かつセラミックを構成する粒子が十分に成長するため、接合界面に気孔を発生させることなく、接合できるために好ましくなり、この意味で本発明は、上記特許の技術とは明らかに異なるものである。

なお、接合にあたっては、セラミック体どうしを自重のみで焼結させてもよい $5\sim100~{\rm g/cm^2}$ (0.49 \sim 9.8 KP a $/{\rm cm^2}$) 程度加圧して接合してもよい。

図面の簡単な説明

図1a~図1dは、本発明に係るセラミック複合体の一例であるホットプレート製造方法の一例を模式的に示す断面図である。

25 図 2 は、本発明に係るセラミック複合体の一例であるホットプレートを模式的 に示す底面部である。

図3は、図2に示したホットプレートの断面図である。

図4は、図2に示したホットプレートを構成するセラミック基板を模式的に示した部分拡大断面図である。

図5は、本発明に係るセラミック複合体の一例である静電チャックを構成する。 セラミック基板を模式的に示す縦断面図である。

5 図 6 は、図 5 に示した静電チャックを構成するセラミック基板を模式的に示し た部分拡大断面図である。

図7.は、セラミック基板に埋設されている静電電極の一例を模式的に示す水平 断面図である。

図8は、セラミック基板に埋設されている静電電極の別の一例を模式的に示す
10 水平断面図である。

図9は、セラミック基板に埋設されている静電電極のさらに別の一例を模式的に示す水平断面図である。

図10a~図10dは、接合剤層に気孔を導入した場合の接合界面の電子顕微 鏡写真である。

15 図11a~図11cは、接合界面に気孔を導入した場合の接合界面の電子顕微 鏡写真である。

図12は、気孔を導入しない場合の接合界面の電子顕微鏡写真である。

図13は、気孔のアスペクト比とセラミック基板の最高温度と最低温度の温度 差の関係を示すグラフである。

20 図14は、粗気孔の平均直径とセラミック基板の最高温度と最低温度の温度差の関係を示すグラフである。

図15aおよび図15bは、気孔が存在する場合と、気孔が存在しない場合におけるセラミック基板加熱面のサーモグラフである。

25 発明を実施するための最良の形態

以下、本発明の一実施例を説明するが、本発明はこの例示のものだけに限定されるものではない。

まず、セラミック複合体について、その内部に導電体が設けられたセラミック 基板の底面に、セラミック製の筒状体(以下、「端子保護筒」の例で述べる)を接 合する例で述べる。

セラミック基板または端子保護筒のいずれか少なくとも一方の表面をまず鏡面 研磨し、JIS B0601 Rmax を $0.1~\mu$ m未満とし、その後、サンドプラスト処理してJIS B0601 Rmax を $0.1~\mu$ m以上の粗面とした。また、 Raを $0.1~\mu$ mを越えるものとする。上記研磨は、ダイアモンド砥石やダイヤモンドペーストを使用してポリシングして鏡面とする。一方、サンドプラストは、 SiC、ジルコニア、アルミナなどで吹き付けて行う。

10 本発明において、粗面にする前に鏡面研磨する理由は、鏡面研磨せずに、粗化処理しても、もともとの粗化面の凹凸にさらに凹凸を形成することになり、再現性よく所望のRmax 値となるように粗化面制御をすることが難しいからである。つまり、鏡面にした後、粗面化すれば、Rmaxを再現性よく正確に制御できる。

次に、上記セラミック基板および/または上記端子保護筒の接合界面に、接合助剤溶液(濃度:0.3 mol/1以上もしくは 0.2 mol/1以下)を塗布し、上記塗布工程を終えた上記セラミック基板上に、上記端子保護筒を載置した後、上記セラミック基板と上記端子保護筒とを 1800 ℃以下で加熱することにより、この両者を接合する。

図1a〜図1dは、本発明の一実施例を説明するためのものであり、セラミッ 20 ク基板の内部に抵抗発熱体を有するホットプレートの製造方法の一部を模式的に 示した断面図である。

(1) グリーンシートの作製工程

15

まず、窒化アルミニウム等のセラミック粉末をバインダ、溶剤等と混合してペーストを調製し、このペーストれをドクタープレード法によってグリーンシート 25 50を作製する。

上記パインダとしては、アクリル系パインダ、エチルセルロース、プチルセロ ソルブ、ポリビニルアルコールから選ばれる少なくとも1種が望ましい。上記溶

媒としては、αーテルピネオールやグリコールなどを用いることが好ましい。なお、必要に応じて、イットリア等の焼結助剤を加えてもよい。

前記グリーンシート50の厚さは、0.1~5mm 程度が好ましい。このグリーンシート50の作製時、さらに、抵抗発熱体の端部と導体回路とを接続するためのバイアホールとなる部分630を形成したグリーンシート50と、導体回路と外部端子とを接続するためのスルーホールとなる部分63、63′を形成したグリーンシート50とを作製する。

また、このときグリーンシート作製時には、必要に応じてさらに、シリコンウエハを運搬するためのリフターピンを挿入する貫通孔となる部分、シリコンウエハを支持するための支持ピンを取付ける窪みとなる部分、熱電対などの測温素子を埋め込むための有底孔となる部分等を形成する。なお、貫通孔や窪み、有底孔は、後述するグリーンシート積層体を形成した後、または、上記積層体を形成し、焼成した後に上記加工を行ってもよい。

なお、バイアホールとなる部分630およびスルーホールとなる部分63、6 3'には、上記ペースト中にカーボンを加えておいたものを充填してもよい。グ リーンシート中のカーボンは、スルーホール中に充填されたタングステンやモリ ブデンと反応し、これらの炭化物が形成されるからである。

(2) グリーンシート上に導体ペーストを印刷する工程

バイアホールになる部分630を形成したグリーンシート50上に、金属ペー 20 ストまたは導電性セラミックを含む導体ペースト(金属粒子または導電性セラミック粒子が含まれている)を印刷し、導体ペースト層62を形成する。

タングステン粒子や、モリブデンの粒子等の上記金属粒子は、平均粒径が 0.5 ~5 μ m程度のものを用いることが好ましい。平均粒子が 0.1 μ m未満または 5 μ mを超えると、導体ペーストの印刷が難しくなる。

25 このような導体ペーストとしては、例えば、金属粒子または導電性セラミック 粒子:85~87 重量部;アクリル系、エチルセルロース、プチルセロソルブ、ポリ ビニルアルコールから選ばれる少なくとも1種のバインダ:1.5~10 重量部、α

ーテルピネオール、グリコールから選ばれる少なくとも1種の溶媒;1.5~10 重 量部混合した組成物 (ペースト) が挙げられる。

また、スルーホールとなる部分63、63′を形成したグリーンシート50上には、静電電極等を形成するときに通常使用される導体ペーストを印刷して、導体ペースト層68を形成する。

なお、上記導体ペーストに代え、前記グリーンシート50上に金属、導電性セラミックのワイヤ、箔などを接着してもよい。

(3) グリーンシートの積層工程

導体ペースト層62を印刷したグリーンシート50上に、導体ペーストを印刷 10 していないグリーンシート50を複数枚積層し、その下に、導体ペースト層68 を形成したグリーンシートを重ねる。そして、このグリーンシートの下に、さら に、何も印刷していないグリーンシート50を複数枚積層する(図1a)。

このとき、導体ペースト層62を印刷したグリーンシートの上側に積層するグリーンシート50の数を下側に積層するグリーンシート50の数よりも多くして、製造する抵抗発熱体の形成位置を底面側の方向に偏芯させる。具体的には、上側のグリーンシート50の積層数は20~50枚が、下側のグリーンシート50の積層数は5~20枚が好ましい。

(4) グリーンシート積層体の焼成工程

15

グリーンシート積層体の加熱、加圧を行い、グリーンシート50および内部の 20 導体ペースト層62、68等を焼結させ、セラミック基板11、抵抗発熱体12 および導体回路18等を製造する。上記加熱の温度は、1000~2000 ℃が好ましく、 また上記加圧の圧力は、10~20MPa程度が好ましい。かかる加熱は、アルゴン、 窒素等の不活性ガス雰囲気中で行うことができる。

次に、セラミック基板11の底面 11b に、測温索子を挿入するための有底孔を 穿設する(図示せず)。この有底孔は、表面研磨後に、ドリル加工やサンドプラス トなどのプラスト処理等を行うことにより形成することができる。なお、上記有 底孔や窪みは、後述するセラミック基板11と端子保護筒17とを接合した後に

設けてもよく、グリーンシート50に予め有底孔となる部分を設けておき、グリーンシート50を積層、焼成すると同時に形成してもよい。

また、内部の抵抗発熱体12と接続するためのスルーホール13、13'を露出させるために袋孔19を形成する。この袋孔19もまたセラミック基板11と端子保護筒17とを接合した後に設けてもよい。

(5) 端子保護筒の製造

室化アルミニウム等のセラミックの粉末を筒状成形型に入れて成形し、必要に応じて切断加工する。これを加熱温度 1000~2000 ℃、常圧で焼結してセラミック製の端子保護筒17を製造する。この焼結は、不活性ガス雰囲気中で行う。不10 活性ガスとしては、例えば、アルゴン、窒素等を使用することができる。ここで、上記セラミックの粉末には、焼結助剤としてイットリア等が含まれていることが望ましい。また、端子保護筒17の大きさは、セラミック基板11の内部に形成したスルーホール13、13′がその内側に収まるようにする。

次いで、上記端子保護筒 1 7の接合端面を研磨して平坦化する。例えば、セラミック体表面を鏡面研磨し、JIS B0601 Rmax を 0.1 μm未満とし、その後、サンドプラスト処理してJIS B0601 Rmax を 0.1 μm以上とした。研磨は、ダイアモンド砥石やダイヤモンドペーストを使用してポリシングして鏡面とする。サンドプラストは、SiC、ジルコニア、アルミナなどで行う。セラミック基板 1 1 と筒状体 1 7 との接合面最大面粗さ(JIS-B0601 Rmax)は、0.1 μm以上とする。0.1 μmを超えると、接合面に気孔が生じやすくなるからである。

(6)接合助剤の塗布工程

接合助剤は、水溶性の塩化イットリウム、硫酸イットリウム、酢酸イットリウム、硝酸イットリウムを使用できる。溶液の濃度としては、0.3 mol/1以上か、逆に 0.2 mol/1以下がよい。先に説明したように、粗気孔を発生させやすいからである。

次に、上記(5)の工程で製造されたセラミック基板11および/または端子

保護筒17の接合面に、液状体210を塗布する(図1b)。

上記液状体の溶媒としては、水、アルコール等が望ましい。塩化イットリウムは、これらの溶媒に対して溶解するためである。

(7) セラミック基板と端子保護筒との接合工程

上述した工程(6)の塗布工程を終えたセラミック基板11上に端子保護筒17を載置し、セラミック基板11と端子保護筒17とを加熱することにより、液状体をセラミック接合層21とし、このセラミック接合層21を介してセラミック基板11と端子保護筒17とを接合する。このとき、端子保護筒17の内径の内側にセラミック基板11内のスルーホール13、13′が収まるように端子保
 3 護筒17をセラミック基板11の底面11bに接合する(図1c)。

また、セラミック基板11と端子保護筒17の接合においては、0.49~5.8 KPa/cm²の圧力で該端子保護筒17をセラミック基板11に押し付け、その状態で加熱することにより接合することが望ましい。このように加圧した状態で接合することにより、両者をより強固に接合することができるからである。

15 セラミック基板 1 1 と端子保護筒 1 7 とを接合する際には、1800 ℃以下の比較的低温で加熱することが望ましい。そして、接合助剤の濃度を 0.3 mol/1以上と高くするか、逆に 0.2 mol/1以下にする。その理由は、ちょうど 0.2~0.3 mol/1の範囲は、接合助剤が迅速に拡散し、かつセラミックを構成する粒子が十分に成長するため、接合界面に気孔を発生させることなく、接合できるために好ましくなるからである。

本発明では、特にRmax を調整し、そのRmax を 0.1 μmを超えるように調整し、さらに、接合時の加熱温度を 1800 ℃以下に調整して、気孔の直径、形状を調節する。

(8) 端子等の取り付け

25 前記端子保護筒17の内側に形成した袋孔19に、外部端子23を半田やろう材とともに詰め込み、加熱してリフローすることにより、外部端子23をスルーホール13、13′に接続する(図1d)。上記加熱温度は、半田処理の場合には

90~450 ℃が好適であり、ろう材での処理の場合には、900~1100 ℃が好適である。

次に、この外部端子23にソケット25を介して電源に接続される導電線230に接続する(図3参照)。さらに、測温素子としての熱電対180等を有底孔14内に挿入し、耐熱性樹脂等で封止する。このようにして、底面に窒化アルミニウム製の端子保護筒を備えたホットプレートを製造する。

このホットプレートは、その上面にシリコンウエハ等の半導体ウエハを載置するか、または、シリコンウエハ等をリフターピンや支持ピン等で保持した後、シリコンウエハ等の加熱や冷却を行いながら、洗浄等の操作を行うために用いることができる。

10

20

上記ホットプレートを製造する際に、セラミック基板の内部に静電電極を設けた場合には、静電チャックとすることができる。ただし、この場合は、静電電極と外部端子とを接続するためのスルーホールを形成する必要があるが、支持ピンを挿入するための貫通孔を形成する必要はない。

15 上記セラミック基板の内部に電極を設ける場合には、抵抗発熱体を形成する場合と同様にグリーンシートの表面に静電電極となる導体ペースト層を形成すればよい。

また、上記接合体を半導体製造・検査装置に用いる場合は、その内部に導電体が設けられたセラミック基板が、底板を備えた支持容器の上部に固定され、さらに、上記セラミック基板の底面に接合された端子保護筒内に、上記導電体からの配線を格納することが望ましい。その理由は、上記配線が腐食性のガス等に曝されることにより腐食されることを防止するためである。

本発明の接合体を構成するセラミック基板の内部に形成された導電体が抵抗発 熱体および導体回路である場合には、上記接合体は、ホットプレートとして機能 25 する。

次に、上述のような方法によって製造される本発明に係るセラミック接合体の 構造について説明する。

5

10

15

20

図2は、本発明に係るセラミック複合体を構成するセラミック基板の一例であるホットプレートを模式的に示した平面図である。図3は、その断面図であり、図4は、図3に示した端子保護筒近傍の部分拡大断面図である。

図3に示すように、このホットプレート10では、円板形状のセラミック基板 11の底面 11b の中央付近に端子保護筒17が直接的に接合固着されている。かかるセラミック基板11と端子保護筒17との接合部分には、窒化アルミニウム からなるセラミック接合界面21が形成されている。さらに、端子保護筒17は、支持容器の底板(図示せず)に密着するように形成されているため、図面からは 明確に読み取れないが、実際には、この端子保護筒17の内側と外側とは完全に 隔離されているものである。

さらに、前記一つのセラミック基板11と前記他のセラミック筒(端子保護筒)17との接合界面21には、接合助剤層21が形成され、かつこの接合助剤層21中には前記粗気孔を形成することが必要である。そして、前記接合助剤層は、接合助剤を主成分とするもの、あるいは接合助剤の濃度が相対的に多い層状領域を指す。図10に示す接合界面の電子顕微鏡写真は、この接合助剤層の構造を明らかにしたものであって、中央の接合界面に黒い気孔と白い不連続の接合助剤層とが観察される。白い部分はイットリウム化合物であり、黒く見える部分が気孔である。イットリウム化合物を拡大した写真が図10c,図10dである。イットリウム化合物とALNの接触している部分は、YAG(イットリウムーアルミニウムーガーネット)が形成されており、写真では灰色に写っている。

前記粗気孔の平均直径は 2000 μ m以下、好ましくは $2\sim1000~\mu$ mである。接合助剤層の厚さは $0.1\sim100~\mu$ mである。接合助剤層が強固にセラミック体同士を接着する。

なお、図11では、セラミック体と他のセラミック体の接合界面には、接合助 25 剤層が存在せず、セラミック粒子が成長して互いに入り組んで一体化し境界は見 えない。しかも、粗気孔はセラミック体の表面および成長粒子との各境界により 構成されている。その粗気孔の大きさは、平均直径で 15 μm程度であり、接合

助剤層の厚さは5μm程度である。即ち、図11a,図11bでは、接合界面に 粗気孔が連続して存在していることがわかる。また、図11cからは、接合界面 に、接合助剤が相対的に多い層は確認されないことがわかる。イットリウムの多 い層が存在していれば、X線の反射で白く写るからである。

5 セラミック基板11の内部には、図2に示すように、同心円形状の回路からなる抵抗発熱体12が形成されており、これら抵抗発熱体12は、互いに近い二重の同心円同士が1組の回路として、1本の線になるように接続されている。

また、図3に示すように、抵抗発熱体12と底面 11b との間には、セラミック 基板11の中心方向に向かって延びる導体回路18が形成されており、抵抗発熱 10 体端部12a と導体回路18の一端とはバイアホール130を介して接続されてい る。

この導体回路18は、抵抗発熱体端部12aを中央部に埋設するために形成されたものであり、セラミック基板11の内部において、端子保護筒17の内側の近傍にまで延びた導体回路18の他端の直下にはスルーホール13′およびこのスルーホール13′を露出させる袋孔19が形成され、このスルーホール13′は、半田層(図示せず)を介して先端が丁字形状の外部端子23と接続されている。

15

25

抵抗発熱体端部 12a が端子保護筒 1 7の内側にある場合には、バイアホールや 導体回路は必要がないので、抵抗発熱体の端部に直接スルーホール 1 3 が形成さ れ、半田層を介して外部端子 2 3 と接続されている。

20 そして、これらの外部端子23には導電線230を有するソケット25が取り付けられ、この導電線230は、底板(図示せず)に形成された貫通孔から外部に引き出され、電源等(図示せず)と接続される。

一方、セラミック基板11の底面 11b に形成された有底孔14には、リード線290を有する熱電対等の測温素子180が挿入され、耐熱性樹脂、ゼラミック(シリカゲル等)等を用いて封止されている。このリード線290は、碍子(図示せず)の内部を挿通しており、支持容器の底板に形成された貫通孔(図示せず)を通して外部に引き出されており、碍子の内部も外部と隔離されている。

さらに、セラミック基板11の中央に近い部分には、リフターピン (図示せず) を挿通するための貫通孔15が設けられている。

上記リフターピンは、その上にシリコンウエハ等の被処理物を載置して上下させることができるようになっており、これにより、シリコンウエハを図示しない搬送機に引き渡したり、搬送機からシリコンウエハを受け取ったりするとともに、シリコンウエハをセラミック基板11の加熱面 11a に載置して加熱したり、シリコンウエハを加熱面 11a から 50~2000 μm離間させた状態で支持し、加熱することができるようになっている。

また、セラミック基板11に貫通孔や凹部を設け、この貫通孔または凹部に先 10 端が尖塔状または半球状の支持ピンを挿入した後、支持ピンをセラミック基板1 1よりわずかに突出させた状態で固定し、上記支持ピンでシリコンウェハシ支持 することにより、加熱面 11a から 50~2000 μ m離間保持した状態として加熱す るようにしてもよい。

なお、図示しないが、支持容器の底板には、冷媒導入管等を設けてもよい。こ の場合、この冷媒導入管に、配管を介して冷媒を導入することより、セラミック 基板11の温度や冷却速度等を制御することができる。

上述したホットプレート10は、セラミック基板11の底面 11b に端部保護筒17が、セラミック接合層21を介して接合され、その端部保護筒17は図示しない支持容器の底板(容器壁)に取付けられているので、この端部保護筒17の内側とその外側とは、完全に隔離された状態となっている。

20

25

従って、底板の貫通孔から引き出された導電線230を管状の部材で保護することにより、ホットプレート10の周囲が反応性ガスやハロゲンガス等を含む雰囲気となっており、これら反応性ガス等が支持容器の内部に入り込み易い状態であっても、端部保護筒17の内部の配線等が腐食することはない。なお、測温素子180からの配線290も、母子等により保護されているため、腐食することはない。

さらに、端部保護筒17の内部に不活性ガス等をゆっくり流し込んで、反応性

ガスやハロゲンガス等が端部保護筒17の内部に流れ込まないようにすることにより、一層確実に導電線230の腐食を防止することができる。

前記端部保護筒17は、セラミック基板11をしっかりと支持する働きも有しているので、セラミック基板11が高温に加熱された際にも、自重により反るのを防止することができ、その結果、シリコンウエハ等の被処理物の破損を防止するとともに、該被処理物を均一な温度になるように加熱することもできる。

次に、本発明に係るセラミック接合体自体について説明する。セラミック基板 11を形成するセラミックとしては、窒化物セラミック、炭化物セラミック、酸化物セラミック等が挙げられる。窒化物セラミック、炭化物セラミック、酸化物 セラミック等は、熱膨張係数が金属よりも小さく、機械的な強度が金属に比べて 格段に高いため、セラミック基板の厚さを薄くしても、加熱により反ったり、歪んだりしない。そのため、セラミック基板を薄くて軽いものとすることができる。 さらに、セラミック基板の熱伝導率が高く、セラミック基板自体が薄いため、セラミック基板の表面温度が、抵抗発熱体の温度変化に迅速に追従する。即ち、電 15 圧、電流値を変えて抵抗発熱体の温度を変化させることにより、セラミック基板 の表面温度を制御することができるのである。

なお、上記室化物セラミックとしては、例えば、窒化アルミニウム、窒化ケイ素、窒化ホウ素、窒化チタン等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

20 また、炭化物セラミックとしては、例えば、炭化ケイ素、炭化ジルコニウム、 炭化チタン、炭化タンタル、炭化タングステン等が挙げられる。これらは、単独 で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

さらに、酸化物セラミックとしては、例えば、アルミナ、コージェライト、ムライト、シリカ、ベリリア等が挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2 種以上を併用してもよい。

これらのなかでは、窒化アルミニウムが最も好ましい。セラミック基板11と セラミック接合層21とを同じ材質とすることにより、両者の間で、熱膨張率の

差が少なくなるので、接合後の残留応力が少なくなり、接合部分にクラック等が発生することがないからである。また、窒化アルミニウムは、耐腐食性に優れるため、腐食性ガスの雰囲気下であっても、セラミック基板11が腐食することがない。さらに、熱伝導率が180 W/m・Kと高いため、温度追従性にも優れる。

を セラミック基板11は、明度がJIS Z 8721の規定に基づく値でN6 以下のものであることが望ましい。このような明度を有するものが輻射熱量、隠 磁性に優れるからである。また、このようなホットプレートは、サーモビュアに より、正確な表面温度測定が可能となる。

ここで、明度のNは、理想的な黒の明度を0とし、理想的な白の明度を10と し、これらの黒の明度と白の明度との間で、その色の明るさの知覚が等歩度となるように各色を10分割し、N0~N10の記号で表示したものである。そして、実際の測定は、N0~N10に対応する色票と比較して行う。この場合の小数点1位は0または5とする。

このような特性を有するセラミック基板11は、基板中にカーボンを100~5000 ppm 程度含有させることにより得られる。カーボンには、非晶質のものと結晶質のものとがあり、非晶質のカーボンは、基板の高温における体積抵抗率の低下を抑制することでき、結晶質のカーボンは、基板の高温における熱伝導率の低下を抑制することができるため、その製造する基板の目的等に応じて適宜カーボンの種類を選択することができる。

20 非晶質のカーボンは、例えば、C、H、Oだけからなる炭化水素、好ましくは、 糖類を、空気中で焼成することにより得ることができ、結晶質のカーボンとして は、グラファイト粉末等を用いることができる。また、アクリル系樹脂を不活性 雰囲気下で熱分解させた後、加熱加圧することによりカーボンを得ることができ るが、このアクリル系樹脂の酸価を変化させることにより、結晶性(非晶性)の 25 程度を調整することもできる。

セラミック基板11の形状は、図2に示したような円板形状が好ましく、その直径は、200 mm以上が好ましく、250 mm以上が最適である。円板形状のセラミッ

ク基板11は、温度の均一性が要求されるが、直径の大きな基板ほど温度が不均 一になりやすいからである。

セラミック基板11の厚さは、50 m以下が好ましく、20 m以下がより好ましい。また、1~5 m が最適である。その厚さが薄すぎると、高温で加熱する際に反りが発生しやすく、一方、厚過ぎると熱容量が大きくなりすぎて昇温降温特性が低下するからである。

また、セラミック基板11それ自体の気孔率は、0または5%以下が好ましい。 この気孔率はアルキメデス法により測定する。この気孔率の範囲であれば、高温 での熱伝導率の低下、反りの発生の抑制に有効だからである。

10 端部保護筒17を構成するセラミックとしては、窒化物セラミック、炭化物セラミック、酸化物セラミック等が挙げられるが、これらのなかでは、窒化物セラミックである窒化アルミニウムが最も好ましい。

そして、端部保護筒17とセラミック接合層21とは同じ材質にすると、両者の間で、熱膨張率の差が少なくなるので、接合後の残留応力が少なくなり、接合部分にクラック等が発生することがないからである。また、窒化アルミニウムは、耐腐食性に優れるため、腐食性ガスの雰囲気下であっても、セラミック基板11が腐食することがない。また、熱伝導率が180W/m・Kと高いため、温度追従性にも優れる。

抵抗発熱体12のパターンとしては、図2に示した同心円形状のほか、渦巻き20 形状、偏心円形状、同心円形状と屈曲線形状との組み合わせなどを挙げることができる。また、抵抗発熱体12の厚さは、1~50 μmが望ましく、その幅は、5~20 μmが望ましい。

抵抗発熱体12の厚さや幅を変化させることにより、その抵抗値を変化させることができるが、この範囲が最も実用的だからである。抵抗発熱体12の抵抗値は、その厚さが薄く、また、その幅が狭くなるほど大きくなる。

25

抵抗発熱体12は、断面が方形、楕円形、紡錘形、蒲鉾形状のいずれでもよいが、偏平なものであることが望ましい。偏平の方が加熱面 11a に向かって放熱し

やすいため、加熱面 11a への熱伝搬量を多くすることができ、加熱面 11a の温度 分布ができにくいからである。なお、抵抗発熱体12は螺旋形状でもよい。

ホットプレート10において、抵抗発熱体12からなる回路の数は1以上であれば特に限定されないが、加熱面 11a を均一に加熱するためには、複数の回路が形成されていることが望ましい。

5

25

抵抗発熱体12を、セラミック基板11の内部に形成する際、その形成位置は特に限定されないが、セラミック基板11の底面 11b からその厚さの 60 %までの位置に少なくとも1層形成することが好ましい。加熱面 11a まで熱が伝搬する間に拡散し、加熱面 11a での温度が均一になりやすいからである。

10 セラミック基板11の内部に抵抗発熱体12を形成する際には、金属や導電性 セラミックからなる導体ペーストを用いることが好ましい。すなわち、ユデミッ ク基板11の内部に抵抗発熱体12を形成する際には、グリーンシート上に導体 ペースト層を形成した後、グリーンシートを積層、焼成することにより、内部に 抵抗発熱体12を作製する。

15 上記導体ペーストとしては特に限定されないが、導電性を確保するため金属粒子または導電性セラミックが含有されているほか、樹脂、溶剤、増粘剤などを含むものが好ましい。上記金属粒子としては、例えば、貴金属(金、銀、白金、パラジウム)、鉛、タングステン、モリブデン、ニッケル等が好ましい。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これらの金属は、比較的酸化しにくく、発熱するに充分な抵抗値を有するからである。

上記金属粒子の形状は、球状であっても、リン片状であってもよい。これらの金属粒子を用いる場合、上記球状物と上記リン片状物との混合物であってよい。上記金属粒子がリン片状物、または、球状物とリン片状物との混合物の場合は、金属粒子間の金属酸化物を保持しやすくなり、抵抗発熱体12とセラミック基板11との密着性を確実にし、かつ、抵抗値を大きくすることができるため有利である。

上記導電性セラミックとしては、例えば、タングステン、モリプデンの炭化物

などが挙げられる。これらは、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。これら金属粒子または導電性セラミック粒子の粒径は、 $0.1\sim100~\mu$ mが好ましい。 $0.1~\mu$ m未満と微細すぎると、酸化されやすく、一方、 $100~\mu$ mを超えると、焼結しにくくなり、抵抗値が大きくなるからである。

5 導体ペーストに使用される樹脂としては、例えば、エポキシ樹脂、フェノール 樹脂等が挙げられる。また、溶剤としては、例えば、イソプロピルアルコール等 が挙げられる。増粘剤としては、セルロース等が挙げられる。

なお、基板の内部に導体回路18を形成する際には、上述した抵抗発熱体12 を形成する際に使用した金属や導電性セラミックからなる導体ペーストを用いる 10 ことができるほか、電極等を形成する際に通常に用いられる導体ペースト等を用 いることができる。

導体回路18の大きさは特に限定されず、幅は 0.1~50 mm、厚さは 0.1~500 μmが好ましく、長さは、抵抗発熱体12の端部からセラミック基板11の中央付近に接合された筒状体17の内側までの距離に合わせて適宜調整される。

15 本発明に係るホットプレート10は、100 ℃で以上使用することが望ましく、 200 ℃以上で使用することがより望ましい。

20

25

本発明では、ソケット25を介して外部端子23と接続されている導電線23 0は、他の導電線230との間の短絡等を防止するために、耐熱性の絶縁部材で 被覆されていることが望ましい。このような絶縁性部材としては、アルミナ、シ リカ、ムライト、コージェライト等の酸化物セラミック、窒化珪素、および、炭 化珪素等が挙げられる。

また、図2、3および4に示したホットプレート10では、通常、セラミック 基板11が支持容器(図示せず)の上部に嵌合されているが、他の実施の形態に おいては、基板が上端に基板受け部を有する支持容器の上面に載置され、ボルト 等の固定部材により固定されていてもよい。本発明では、図3に示したように測・ 温素子180として熱電対を用いることができる。熱電対により抵抗発熱体12 の温度を測定し、そのデータをもとに電圧、電流量を変えて、温度を制御するこ

とができるからである。

20

上記熱電対のリード線の接合部位の大きさは、各リード線の素線径と同一か、 もしくは、それよりも大きく、かつ、0.5 mm 以下がよい。このような構成によっ て、接合部分の熱容量が小さくなり、温度が正確に、また、迅速に電流値に変換 されるのである。このため、温度制御性が向上してウエハの加熱面11aの温度 分布が小さくなるのである。

上記熱電対としては、例えば、JIS-C-1602(1980)に挙げられるように、K型、R型、B型、E型、J型、T型熱電対が挙げられる。

上記熱電対の他に、本発明に係るホットプレート10の測温手段としては、例 10 えば、白金測温抵抗体、サーミスタ等の測温素子が挙げられるほか、サーモビュ ア等の光学的な手段を用いた測温手段も挙げられる。

上記サーモビュアを用いた場合には、セラミック基板11の加熱面 11a の温度を測定することができるほか、シリコンウエハ等の被加熱物表面の温度を直接測定することができるため、被加熱物の温度制御の精度が向上する。

15 本発明の複合体を構成するセラミック基板は、半導体の製造や半導体の検査を 行うために用いられるものであり、具体的には、例えば、静電チャック、サセプ タ、ホットプレート(セラミックヒータ)等が挙げられる。

上述したホットプレートは、セラミック基板の内部に抵抗発熱体のみが設けられた装置であり、これにより、シリコンウエハ等の被処理物をセラミック基板の表面に載置または離間させて保持し、所定の温度に加熱したり洗浄を行うことができる。

上記複合体を構成するセラミック基板の内部に形成された導電体が静電電極および導体回路である場合には、上記複合体は、静電チャックとして機能する。

図5は、このような静電チャックを模式的に示す縦断面図であり、図6は、そ 25 の部分拡大断面図であり、図7は、静電チャックを構成する基板に形成された静 電電極付近を模式的に示す水平断面図である。

この静電チャック30を構成するセラミック基板31の内部には、半円形状の

チャック正負極静電層 32a、32b が対向して配設され、これらの静電電極上にセラミック誘電体膜34が形成されている。また、セラミック基板31の内部には、抵抗発熱体320が設けられ、シリコンウエハ等の被処理物を加熱することができるようになっている。なお、セラミック基板31には、必要に応じて、RF電極が埋設されていてもよい。

上記静電電極は、貴金属(金、銀、白金、パラジウム)、鉛、タングステン、モリブデン、ニッケル等の金属、または、タングステン、モリブデンの炭化物等の 導電性セラミックからなるものであることが好ましい。また、これらは、単独で 用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

10 この静電チャック30は、図5、図6に示した通り、セラミック基板31中に 静電電極32a、32bが形成され、静電電極32a、32bの端部の直下にスルーホール 33が形成され、静電電極32上にセラミック誘電体膜34が形成されている以 外は、上述したホットプレート10と同様に構成されている。

すなわち、セラミック基板31の底面の中央付近には端部保護筒37が接合され、端部保護筒37の内側の上方には、スルーホール33、330が形成されており、これらのスルーホール33、330は、静電電極32a、32b、抵抗発熱体320に接続されるとともに、袋孔390に挿入された外部端子360に接続され、この外部端子360の一端には、導電線331を有するソケット350が接続されている。そして、この導電線331が貫通孔(図示せず)より外部に引き出されている。

15

20

25

また、端部保護筒37の外側に端部を有する抵抗発熱体320の場合には、図2~4に示したホットプレート10の場合と同様に、バイアホール39、導体回路380およびスルーホール330′を形成することより、抵抗発熱体320の端部を筒状体37の内側に延設している(図6参照)。従って、スルーボール330′を露出させる袋孔390に外部端子360を挿入して接続することにより、筒状体37の内側に外部端子360を格納することができる。

このような静電チャック30を作動させる場合には、抵抗発熱体320および

静電電極32に、それぞれ電圧を印加する。これにより、静電チャック30上に 載置されたシリコンウエハが所定温度に加熱されるとともに、静電的にセラミック基板31に吸着されることになる。なお、この静電チャックは、必ずしも、抵 抗発熱体320を備えていなくてもよい。

- 5 図8は、他の静電チャックの基板に形成された静電電極を模式的に示した水平 断面図である。基板71の内部に半円弧状部72a と櫛歯部72b とからなるチャッ ク正極静電層72と、同じく半円弧状部73a と櫛歯部73b とからなるチャック負 極静電層73とが、互いに櫛歯部72b、73b を交差するように対向して配置されている。
- 10 また、図9は、さらに別の静電チャックの基板に形成された静電電極を模式的に示した水平断面図である。この静電チャックでは、基板81の内部に円を4分割した形状のチャック正極静電層82a、82bとチャック負極静電層83a、83bが形成されている。また、2枚のチャック正極静電層82a、82bおよび2枚のチャック負極静電層83a、83bは、それぞれ交差するように形成されている。なお、円形等の電極が分割された形態の電極を形成する場合、その分割数は特に限定されず、5分割以上であってもよく、その形状も扇形に限定されない。

実施例

25

以下、本発明の実施形態をさらに具体的に説明する。

- 20 (実施例1) 静電チャックの製造(図5~7参照)
 - (1) 窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ社製、平均粒径 0.6 μm) 100 重量部、イットリア (平均粒径 0.4 μm) 4重量部、アクリル系樹脂バインダ 11.5 重量部、分散剤 0.5 重量部および1ープタノールとエタノールとからなるアルコール 53 重量部を混合した組成物を用い、ドクターブレード法を用いて成形することにより厚さ 0.47 mm のグリーンシートを得た。
 - (2) 次に、このグリーンシートを 80 ℃で5時間乾燥した後、何も加工を施していないグリーンシートと、パンチングを行い、抵抗発熱体と導体回路とを接続

するためのバイアホール用貫通孔を設けたグリーンシートと、導体回路と外部端子とを接続するためのバイアホール用貫通孔を設けたグリーンシートと、静電電極と外部端子とを接続するためのスルーホール用貫通孔を設けたグリーンシートとを作製した。

5 (3) 平均粒子径 1 μ mのタングステンカーバイド粒子 100 重量部、アクリル系 バインダ 3.0 重量部、αーテルピネオール溶媒 3.5 重量部、分散剤 0.3 重量部 を混合して導体ペーストAを調製した。

また、平均粒子径 3μ mのタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 1.9 重量部、 α - テルピネオール溶媒 3.7 重量部、分散剤 0.2 重量部を混合して 導体ペーストBを調製した。

10

15

25

(4) バイアホール用貫通孔を設けたグリーンシートの表面に、導体ペーストAをスクリーン印刷法により印刷し、抵抗発熱体となる導体ペースト層を印刷した。また、導体回路と外部端子とを接続するためのスルーホール用貫通孔を設けたグリーンシートの表面に、上記導電性ペーストAをスクリーン印刷法により印刷し、導体回路となる導体ペースト層を印刷した。さらに、何も加工を施していないグリーンシートに図7に示した形状の静電電極パターンからなる導体ペースト層を形成した。

さらに、抵抗発熱体と導体回路とを接続するためのバイアホール用貫通孔と外部端子を接続するためのスルーホール用貫通孔に導体ペーストBを充填した。

20 次に、上記処理の終わった各グリーンシートを次のように積層した。

まず、抵抗発熱体となる導体ペースト層が印刷されたグリーンシートの上側 (加熱面側) に、スルーホール33となる部分のみが形成されたグリーンシートを34枚積層し、そのすぐ下側(底面側)に導体回路となる導体ペースト層が印刷されたグリーンシートを積層し、さらに、その下側にスルーホール33、330、330′となる部分が形成されたグリーンシートを12枚積層した。

このように積層したグリーンシートの最上部に、静電電極パターンからなる導体ペースト層を印刷したグリーンシートを積層し、さらにその上に何の加工もし

ていないグリーンシートを2枚積層し、これらを130℃、8MPaの圧力で圧着して積層体とした。

- (5) 次に、上記積層体を窒素ガス中、600 ℃で5時間脱脂し、その後、1890 ℃、圧力 15 MP a の条件で3時間ホットプレスし、厚さ3 mm のセラミック板状体を得た。これを直径230 mm の円板状に切り出して、内部に、厚さが 5μ m、幅が 2.4 mm の抵抗発熱体320、厚さが 20μ m、幅が10 mm の導体回路380 および厚さ 6μ mのチャック正極静電層32a、チャック負極静電層32b を有するセラミック基板31 とした。
- (6) 次に、(5) で得られたセラミック基板31を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、ガラスビーズによるプラスト処理で表面に熱電対のための有底孔300を設け、セラミック基板31の底面31bで、スルーホール33、33 が形成されている部分をえぐりとって袋孔390を形成した。
- (7) 窒化アルミニウム粉末 (トクヤマ社製、平均粒径 0.6 μm) 100 重量部、イットリア (平均粒径 0.4 μm) 4重量部、アクリル系樹脂バインダ 11.5 重量 部、分散剤 0.5 重量部および1ープタノールとエタノールとからなるアルコール 53 重量部を混合した組成物を用い、スプレードライ法により顆粒を製造し、この 顆粒をパイプ状の金型に入れ、常圧、1890 ℃で焼結させ、端面を研磨し、R max を1 μm、平面度を 2.1 μmとし、長さ 200 mm、外径 52 mm、内径 39 mm の窒化 アルミニウム製の端部保護筒を製造した。
- 20 (8) セラミック基板と端部保護筒の接合界面をダイヤモンド砥石の#800で底面を研磨し、つぎに平均粒子径 0.25 μmのペーストでポリシングし、さらに、平均粒径1、10、50 μmの Si Cでサンドプラスト処理し、Rmax.で2、15、80μm、とし表1の濃度 (0.3 mol/1) の塩化イットリウム水溶液を、セラミック基板31の底面 31b および端部保護筒37の接合面に塗布した。
- 25 (9) この後、塗布されたセラミック基板31上に端部保護筒37を載置し、表 1の条件に加熱 (1750 ℃) することで、セラミック基板31と端部保護筒37と を接合した。なお、接合時には、セラミック基板31または端部保護筒37に対

して圧力を加えず、端部保護筒の自重のみを負荷した。また、袋孔390がその 内径の内側に収まるような位置となるように、端部保護筒37の位置決めを行い セラミック基板11と接合した。

(10) 次に、端部保護筒 3 7の内部の袋孔 3 9 0 に、銀ろう (Ag: 40 重量%、Cu: 30 重量%、Zn: 28 重量%、Ni: 1.8 重量%、残部: その他の元素、リフロー温度: 800 ℃) を用いて、外部端子 3 6 0 を取り付けた。そして、外部端子 3

60にソケット350を介して導電線331を接続した。

(11) そして、温度制御のための熱電対を有底孔300に挿入し、シリカゾルを充填し、190℃で2時間硬化、ゲル化させることで、その内部に静電電極、抵10 抗発熱体、導体回路、バイアホールおよびスルーホールが設けられたセラミック基板の底面に、窒化アルミニウムからなるセラミック接合層21を介して 端部保護筒が接合され、上記セラミック基板が静電チャックとして機能するセラミック複合体を製造した。接合界面構造は図10に示すものとなった。断面扁平形状の気孔が観察される。焼結したセラミック粒子の平均直径は、セラミック基板および保護管とも8μmであった。

(実施例2) ホットプレートの製造(図1、図2~図4参照)

20

- (1) 窒化アルミニウム粉末(トクヤマ社製、平均粒径 0.6 μm) 100 重量部、イットリア(平均粒径 0.4 μm) 4重量部、アクリル系樹脂バインダ 11.5 重量部、分散剤 0.5 重量部および1ーブタノールとエタノールとからなるアルコール53 重量部を混合したペーストを用い、ドクターブレード法により成形を行って、厚さ 0.47 mm のグリーンシートを作製した。
 - (2) 次に、このグリーンシートを 80 ℃で5時間乾燥させた後、図2に示すようなシリコンウエハを運搬等するためのリフターピンを挿入するための貫通孔1 5となる部分、バイアホールとなる部分630、および、スルーホールとなる部分63、63′をパンチングにより形成した。
 - (3) 平均粒径 1 μmのタングステンカーバイト粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 3.0 重量部、αーテルピネオール溶媒 3.5 重量部および分散剤 0.3 重量

部を混合して導体ペーストAを調整した。

平均粒径 $3 \mu m$ のタングステン粒子 100 重量部、アクリル系バインダ 1.9 重量部、 α ーテルピネオール溶媒 3.7 重量部および分散剤 0.2 重量部を混合して導体ペーストBを調整した。

5 この導体ペーストAをパイアホールとなる部分 6 3 0 を形成したグリーンシート上にスクリーン印刷で印刷し、抵抗発熱体用の導体ペースト層 6 2 を形成した。印刷パターンは、図 2 に示したような同心円パターンとし、導体ペースト層 6 2 の幅を 10 mm、その厚さを 12 μmとした。

続いて、導体ペーストAをスルーホールとなる部分63'を形成したグリーン 10 シート上にスクリーン印刷で印刷し、導体回路用の導体ペースト層68を形成した。印刷の形状は帯状とした。

また、導体ペーストBを、バイアホールとなる部分630およびスルーホールとなる部分63、63′に充填した。

上記処理の終わった導体ペースト層62を印刷したグリーンシートの上に、導体ペーストを印刷していないグリーンシートを37枚重ね、その下に、導体ペースト層68を印刷したグリーンシートを重ねた後、さらにその下に、導体ペーストを印刷していないグリーンシートを12枚重ねて、130℃、8MPaの圧力で積層した。

- (4) 次に、得られた積層体を窒素ガス中、600 ℃で5時間脱脂し、1890 ℃、圧 20 力 15 MP a で 1 0時間ホットプレスし、厚さ 3 mm のセラミック板状体を得た。 これを 230 mm の円板状に切り出して、底面を研磨し、中心線平均粗さ (R a) を 2.2 μm、平面度を 2.2 μmとし、内部に厚さ 6 μm、幅 10 mm の抵抗発熱体 1 2、厚さ 20 μm、幅 10 mm の導体回路 1 8、バイアホール 1 3 0 およびスルーホール 1 3、1 3′を有するセラミック基板 1 1 とした。
- 25 (5) 次に、(4) で得られたセラミック基板11を、ダイヤモンド砥石で研磨した後、マスクを載置し、ガラスビーズによるプラスト処理で表面に熱電対のための有底孔14を設け、セラミック基板11の底面 11b で、スルーホール13、1

3′が形成されている部分をえぐりとって袋孔19を形成した。

(6) 窒化アルミニウム粉末(トクヤマ社製、平均粒径 0.6 μm) 100 重量部、イットリア(平均粒径 0.4 μm) 4重量部、アクリル系樹脂バインダ 11.5 重量部、分散剤 0.5 重量部および1ープタノールとエタノールとからなるアルコール53 重量部を混合した組成物を用い、スプレードライ法により顆粒を製造し、この顆粒を円筒状の金型に入れ、常圧、1890 ℃で焼結させ、端面を研磨し、Rmax を 0.2 μm、平面度を 2.2 μmとし、長さ 200 mm、外径 52 mm、内径 39 mm の窒化アルミニウム製の端部保護筒 1 7を製造した。

(7) セラミック基板と端部保護筒の接合界面をダイヤモンド砥石の#800で
 10 底面を研磨し、つぎに平均粒子径 0.25 μmのペーストでポリシングし、さらに、平均粒径 0.1、50, 100 μmの Si Cでサンドブラスト処理し、Rmax で 0.2、80、120 μm、平面度を 2.0 μmとし、表 2の濃度の濃度 (0.11 mol/1) の硝酸イットリウム水溶液をセラミック基板 3 1の底面 31b および端部保護筒 3 7の接合面に塗布した。

15 (8) 塗布されたセラミック基板 3 1 上に前記端部保護筒 3 7 を載置し、1800 ℃ に加熱することで、セラミック基板 3 1 と端部保護筒 3 7 とを接合した。

なお、接合時には、セラミック基板31または端部保護筒37に対して圧力を加えず、筒状体の自重のみを負荷した。また、袋孔390がその内径の内側に収まるような位置となるようにセラミック基板11と端部保護筒37とを接合した。

- 20 (9) 次に、端部保護筒 3 7の内部の袋孔 1 9に、銀ろう (Ag: 40 重量%、Cu: 30 重量%、Zn: 28 重量%、Ni: 1.8 重量%、残部: その他の元素、リフロー温度: 800 ℃) を用いて、外部端子 2 3 を取り付けた。そして、外部端子 2 3 にソケット 2 5 を介して導電線 2 3 0 を接続した。
- (10)そして、温度制御のための熱電対を有底孔14に挿入し、シリカソルを
 25 充填し、190℃で2時間硬化、ゲル化させることで、その内部に抵抗発熱体、導体回路、バイアホールおよびスルーホールが設けられたセラミック基板の底面に、
 室化アルミニウム製の端部保護筒が接合され、上記セラミック基板がホットプレ

ートとして機能するセラミック複合体を製造した。接合界面の構造は図11に示すものになった。断面扁平形状の気孔が観察される。

なお、焼結したセラミック粒子の平均直径は、セラミック基板および保護管と も8μmである

5 (実施例3)

実施例1と同様であるが、平均粒子径 $0.8~\mu$ mの窒化珪素を使用した。また、接合助剤として0.~1 m o 1/1 の硝酸イッテルビウム水溶液を使用した。 焼結したセラミック粒子の平均直径は、セラミック基板および保護管とも $5~\mu$ m である

10 (実施例4)

実施例2と同様であるが、セラミック粒子の平均直径は、セラミック基板および 保護管とも8μmである。平均気孔径を8、1000、2000 μmで調整した。

(実施例5)

実施例1と同様であるが、450 ℃まで昇温し、接合剤層の厚さを 28μmで一定 とし、粗気孔の平均直径を調整することでアスペクト比を変化させ、セラミック 基板 (ヒータ板) 表面の最高温度と最低温度の差をサーモビュアで測定し、その 関係をグラフに示した (図13)。

(実施例6)

実施例2と同様であるが、450 ℃まで昇温し、粗気孔の平均直径を変化させ、 20 セラミック基板 (ヒータ板) 表面の最高温度と最低温度の温度差をサーモビュア で測定し、その関係をグラフに示した (図14)。

(比較例1)

セラミック基板 3 1 の接合面を平均粒子径 0.25 μmのダイヤモンドペーストでポリシングし、Rmax を 0.05 μmとし、端部保護筒 3 7 の端部の平面度を 2.0 μmとして、0.26 mol/1 の硝酸イットリウムをセラミック基板 3 1 および端部保護筒 3 7 の接合面に塗布した後、セラミック基板 3 1 上に端部保護筒 3 7 を載置し、1850 から 1950 ℃で焼成した以外は、実施例 1 と同様にして、セラミック

複合体を製造した。接合界面の構造は図12に示すものになった。

なお、図において気孔がなく緻密な接合界面である。接合界面に白い筋が見えるが、イットリウム化合物の層である。

なお、接合界面を研磨する際に生じる脱粒のくぼみは、接合助剤で充填されて 5 しまい、断面観察では気孔は知見されなかった。

(比較例2)

比較例1と同様であるが、窒化珪素を使用した。また、接合助剤に塩化イッテルビウムを使用した。

(比較例3)

10 セラミック基板 3 1 の接合面を平均粒子径 0.25 μmのダイヤモンドペーストでポリシングし、Rmax を 0.05 μmとし、端部保護筒 3 7 の端部の平面度を 2.0 μmとして、0.28 mol/1の硝酸イットリウムをセラミック基板 3 1 および端部保護筒 3 7 の接合面に塗布した後、セラミック基板 3 1 上に端部保護筒 3 7 を載置し、1900 ℃で焼成した以外は、実施例 1 と同様にして、セラミック接合体を製造した。接合界面の断面を観察すると、接合助剤の層とその接合助剤の層の中に気孔を有していた。焼結したセラミック粒子の平均直径は、8 μmで、気孔は 4 μmであった。

(比較例4)

実施例1と同様であるが、濃度 0.3 mol/1の溶液を塗布し、1850 ℃に加熱処 20 理した。加熱温度が高いため、接合助剤が拡散して気孔が大きくなり、平均直径 が 2050 μ mである。

実施例1、2および比較例1に係るセラミック複合体について、以下の評価試験を行った。その結果を下記の表1に示す。

(比較例5)

25 実施例3と同様であるが、粗気孔の平均直径を1μm、2050μmに調整した。

(比較例6)

比較例 1 と同様であるが、平均粒子径 10 n mのダイヤモンドペーストでポリシングして、R a =0.1 μ m、R max =0.01 μ mとした。接合界面は、図 1 2 と同様で気孔がなく、緻密な接合界面である。接合界面には、白い筋のイットイウム化合物の層はあるが、気孔は存在していなかった。

5 (1)破壊強度の測定

曲げ強度試験を行い、接合部分の破壊強度を25℃と500℃で測定した。

(2) 熱衝撃試験

450 ℃に加熱してセラミック基板部分を水中に浸漬し、クラックがどこまで進展するか測定した。

10 (3)接合界面の腐食状態

実施例、比較例に係る複合体を支持容器に取り付け、1000 Wでプラズマ化した CF_4 ガス雰囲気下で、2時間放置し、接合界面の侵食状態を調べた。一般に窒化 アルミニウムは、フッ化してエッチングが進行しにくいが、接合界面は、結晶構造が異なるためか、侵食されやすい。

15

表1

5

	面粗度	温度	破壊強	度(MPa)	クラック	侵食の有	平均直径
	(μm)	(°C)	25°C	600°C		無	(μm)
実施例1	2	1800	410	400	筒には至らず	無し	15
	15	1800	420	410	筒には至らず	無し	8
	80	1800	450	441	筒には至らず	無し	100
実施例 2	0.2	1800	410	400	筒には至らず	無し	10
	80	1800	450	440	筒には至らず	無し	1000
,	120	1800	460	451	筒には至らず	無し	1500
比較例 1	0.05	1800	390	340	筒まで	有り	0
	0.05	1850	389	350	筒まで	有り	0
	0.05	1900	380	340	筒まで	有り	0
	0.2	1800	920	915	筒には至らず	無し	10
実施例3	80	1800	930	923	筒には至らず	無し	1000
	120	1800	950	944	筒には至らず	無し	1500
	0.05	1850	860	800	筒まで	有り	0
比較例 2	0.05	1950	830	780	筒まで	有り	0
104XD3 2	0.05	1900	820	760	筒まで	有り	0
比較例3	0.05	1850	410	370	筒まで	有り	4.0
比較例4	2	1850	280	220	筒まで	有り	2050
実施例 4	0.1	1800	415	399	筒には至らず	無し	8
	10	1800	443	428	筒には至らず	無し	100
	200	1800	461	450	筒には至らず	無し	2000
比較例 5	0.05	1800	840	780	筒まで・	有り	. 1
	210	1800	845	788	筒まで	有り	2050
比較例 6	Rmax=0.01 Ra=0.1	1900	390	340	筒まで	有り	0

上記表1に示した結果より明らかなように、実施例1、2,3に係るセラミック複合体の破壊強度は、比較例1,2と比べても低下しておらず、また、これらの接合体の接合界面は、CF₄ガスにより腐食されることはなかった。さらにクラックの進展も基板のみであった。一方、比較例1に係る接合体では、腐食がみられ、さらにクラックが筒まで到達していた。

また、比較例 6 から理解できるように、R $a=0.1~\mu$ mでは鏡面となり、気孔を形成することができない。

10 さらに、図13からは、気孔のアスペクト比が1以上の場合で、セラミック基 板側の濃度低下の効果が顕著であることが理解できる。これは、上述したように、

断面形状が扁平の気孔のほうが、熱抵抗の効果が大きいからと推定される。

また、気孔の大きさは、図14に示すように、セラミック体を構成すセラミック粒子の平均直径の1/2以上の場合に、熱抵抗の効果が顕著であることが理解される。これは気孔の大きさが、セラミックを構成する各セラミック粒子の平均直径の1/2未満では、粒子どうしの接触を介して熱伝達しやすくなり、熱抵抗が低下するからである。一方、セラミック粒子の大きさが 2000 μ mを越えると、温度分布が大きくなるので、気孔内で輻射や放射による熱伝達が支配的になり、熱抵抗としての機能が低下すると推定される。

図15 a および図15 b は、気孔を有する場合と気孔が存在しない場合につい 10 てのセラミック基板加熱面の温度分布を比較したサーモビアのグラフである。気 孔は実施例1に相当し、平均直径が 100 μmであり、アスペクト比率が 50 であ る。つまり、セラミック体の接合界面に気孔が存在することで、セラミック基板 加熱面の温度均一性が向上していることがわかる。

15 産業上の利用可能性

本発明に係るセラミック接合体は、セラミック体の接合界面に気孔を導入したことから、耐腐食性、クラックの進展抑制に効果を有するので、エッチングープラズマCVDを含む各種の半導体製造・検査装置に用いられるホットプレートや静電チャック、サセプタなどのセラミック構造体として使用できる。

20 また、本発明は、半導体ウエハを加熱するためのホットプレートなどの他に、 セラミック基板の加熱面に光導波路をエポキシ樹脂などの接触剤やネジで固定し てなる光導波路用温度制御器としても使用できる。

請求の範囲

- 1. セラミック体どうしを接合してなる接合体において、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面に、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 5 2. 一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、前記一のセラミック体と前記他のセラミック体との接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 3. 一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、前記各セラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面に存在するものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 4. 前記気孔は、2000μm以下の大きさの粗気孔である請求項1、2または3に記載のセラミック接合体。
 - 5. セラミック体どうしを接合してなる接合体において、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 20 6. 一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、前記一のセラミック体と前記他のセラミック体との接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 25 7. 一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、前記各セラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面に存在するものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミッ

ク体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、 平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大 きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とす るセラミック接合体。

- 5 8. セラミック体どうしを接合してなる接合体において、一のセラミック体と他のセラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 9. 一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体において、前記一のセラミック体と前記他のセラミック体との接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック接合体。
- 10. 一のセラミック体に他のセラミック体を接合してなるセラミック接合体に おいて、前記各セラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面 に存在するものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、 平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック を合体。
 - 11.接合界面に形成された前記粗気孔は、セラミック体中の開気孔または閉気 孔とは別に、一のセラミック体の表面、他のセラミック体の表面および粒成長に よって生成した成長粒子によって形成された空隙であることを特徴とする請求項 10に記載のセラミック複合体。
- 25 12. 前記セラミック基板の接合面の面粗度は、JIS B0601 Rmax=0.1 μm以上である請求項8,9または10に記載のセラミック接合体。
 - 13. 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合して

なるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記セラミック体との 接合界面に、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。

- 14. 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板とセラミック体との接合界面に、
- 5 接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、気孔が形成されてなることを 特徴とするセラミック構造体。
- 15. 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板およびセラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他の方のセラミック基板およびセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。
 - 16. 前記気孔は、2000 µm以下の大きさの粗気孔である請求の範囲13, 14 または15に記載のセラミック構造体。
- 15 17. 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記セラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。
- 20 18. 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板とセラミック体との接合界面に、接合助剤層を設けると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μ m以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。
- 25 19. 内部に導電体が形成されたセラミック基板と、セラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板およびセラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他

方のセラミック基板およびセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径の1/2よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気 孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。

- 5 20. 内部に導電体が設けられたセラミック基板とセラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、前記セラミック基板と前記セラミック体との接合界面に、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。
- 10 21. 内部に導電体が設けられたセラミック基板とセラミック体とを接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板とセラミック体との接合界下に、接合助剤層を設けてなると共に、その接合助剤層には、平均直径がセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。
- 15 22. 内部に導電体が設けられたセラミック基板とセラミック体を接合してなるセラミック構造体において、セラミック基板およびセラミック体を構成しているセラミック粒子のうちの、接合界面に存在するものの少なくとも一部は、この接合界面を跨って互いに他方のセラミック基板およびセラミック体中にまで侵入した成長粒子で構成されていると共に、かかる接合界面には、平均直径がセラミック基板もしくはセラミック体を構成するセラミック粒子の平均粒径よりも大きくかつ 2000 μm以下の大きさをもつ粗気孔が形成されてなることを特徴とするセラミック構造体。
 - 23.接合界面に形成された前記粗気孔は、セラミック基板ならびにセラミック体中の開気孔または閉気孔とは別に、セラミック基板の表面とセラミック体の表面および粒成長によって生成した成長粒子とで形成された空隙であることを特徴とする請求項22に記載のセラミック構造体。

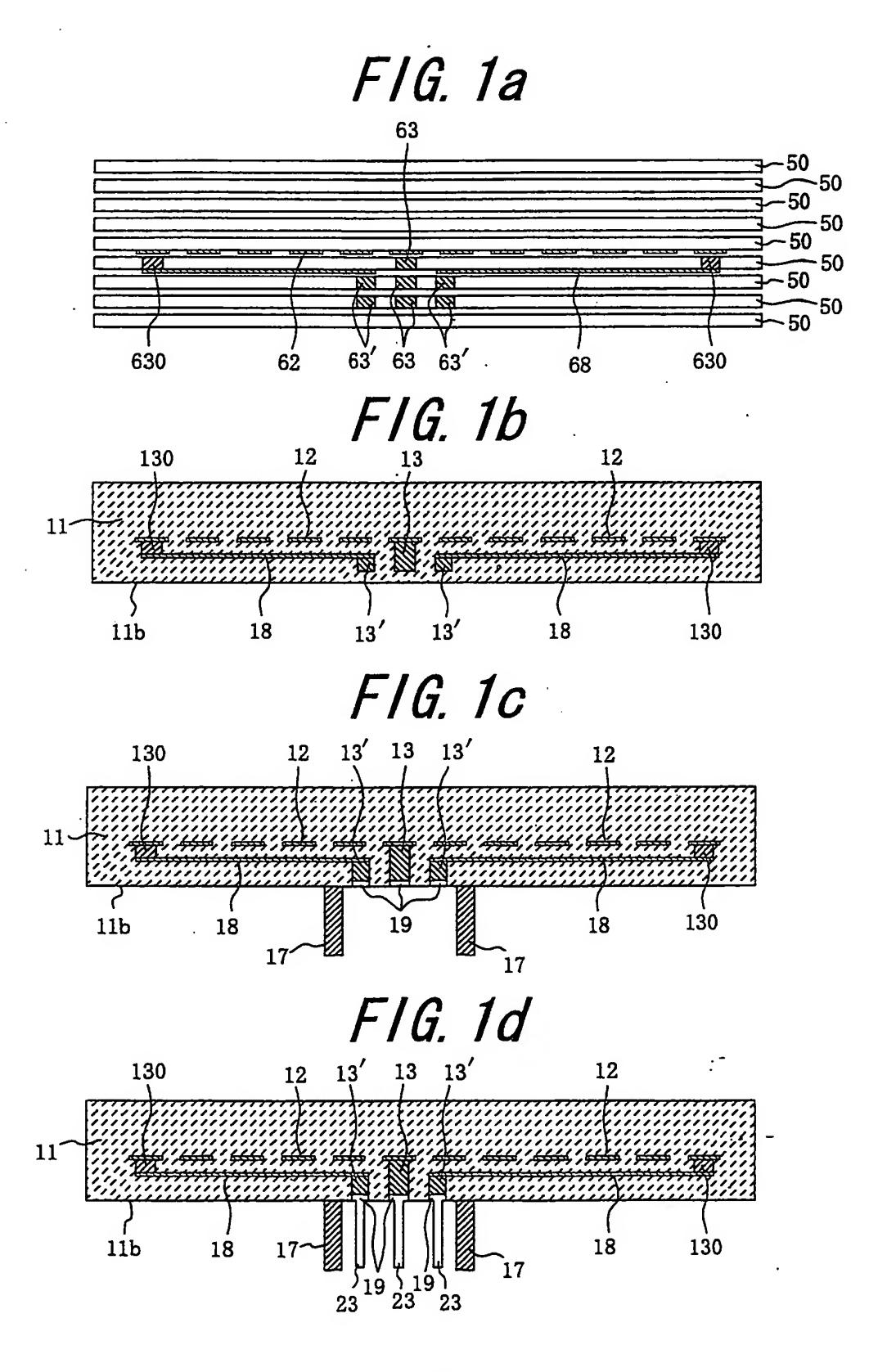
25

24. 前記セラミック体は、セラミック基板内部の導電体と電気的に接続される

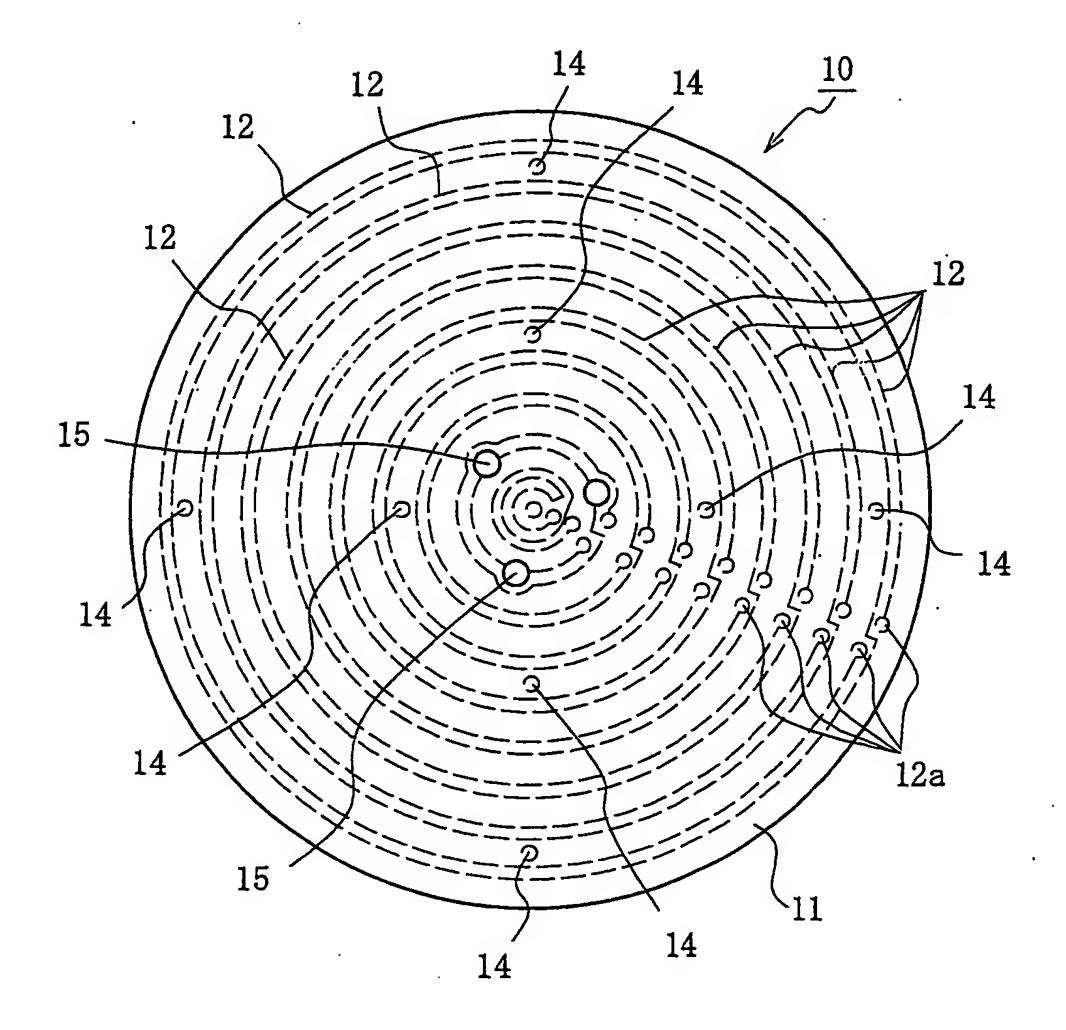
導体を当該セラミック体の内部に埋設するか、筒状セラミック体の筒内部に収容するものであることを特徴とする請求項20~23のいずれか1項に記載のセラミック構造体。

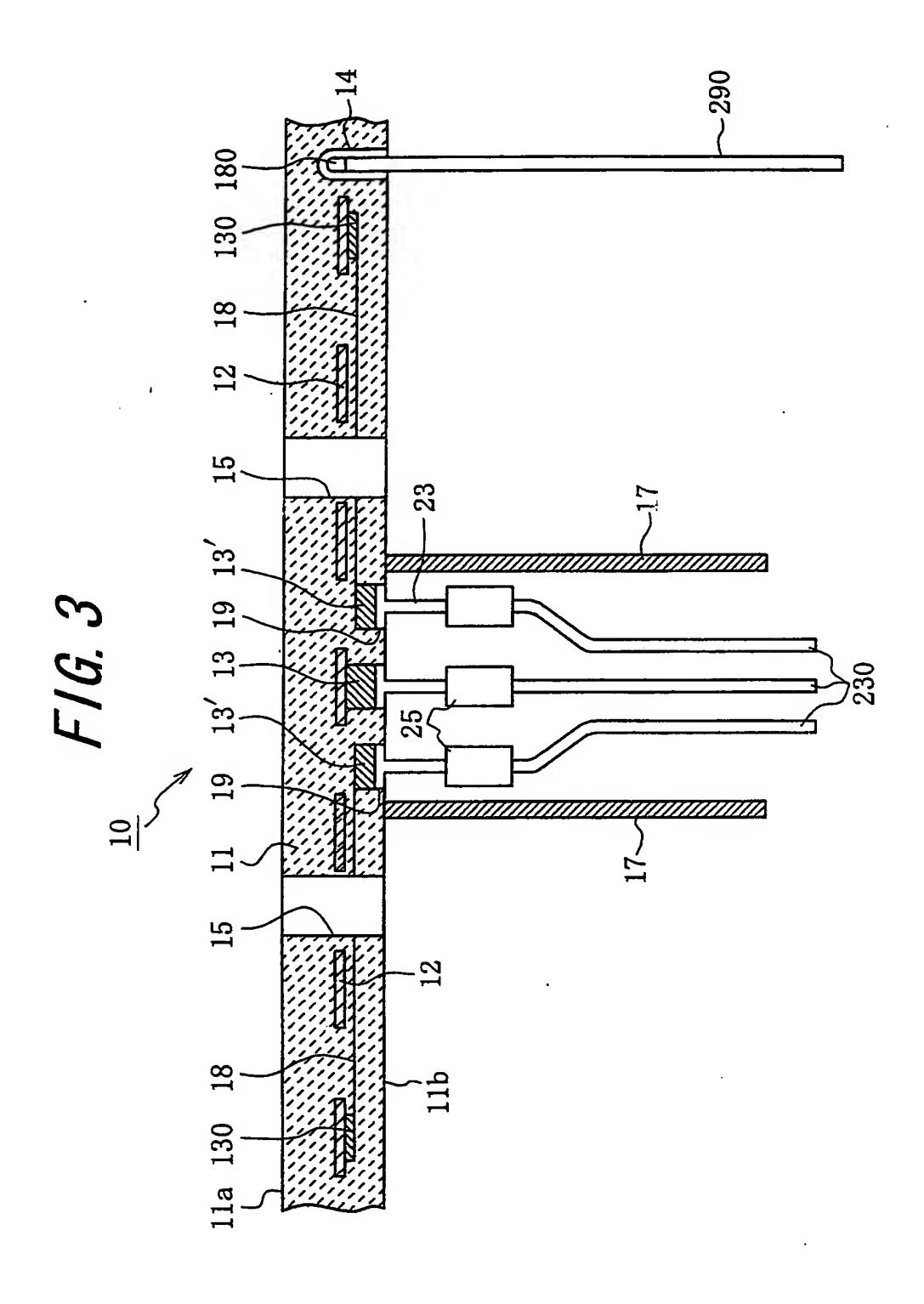
- 25. 前記セラミック基板とセラミック体との接合面の面粗度は、JIS BO 601 Rmax=0.1 μm以上である請求項20~24のいずれか1項に記載のセラミック構造体。
- 26. 前記セラミック粒子は、窒化アルミニウムまたは窒化珪素からなり、そして前記接合助剤はイットリウム化合物およびイッテルビウム化合物から選ばれる一種以上であることを特徴とする請求項1~25のいずれか1項に記載のセラミック構造体。
- 27. 一のセラミック体と他のセラミック体とを接合するに当たり、いずれか少なくとも一方のセラミック体の接合面をまず鏡面研磨してRmax 0.1 μm未満とし、次に、その鏡面を、プラスト処理してRmax 0.1 以上の表面粗さとし、次に、その接合面にイットリウム化合物および/またはイッテルビウム化合物を用いる接合助剤を直接もしくは間接的に塗布し、その後 1800 ℃以下の温度で焼成することを特徴とするセラミック複合体の接合方法。

10

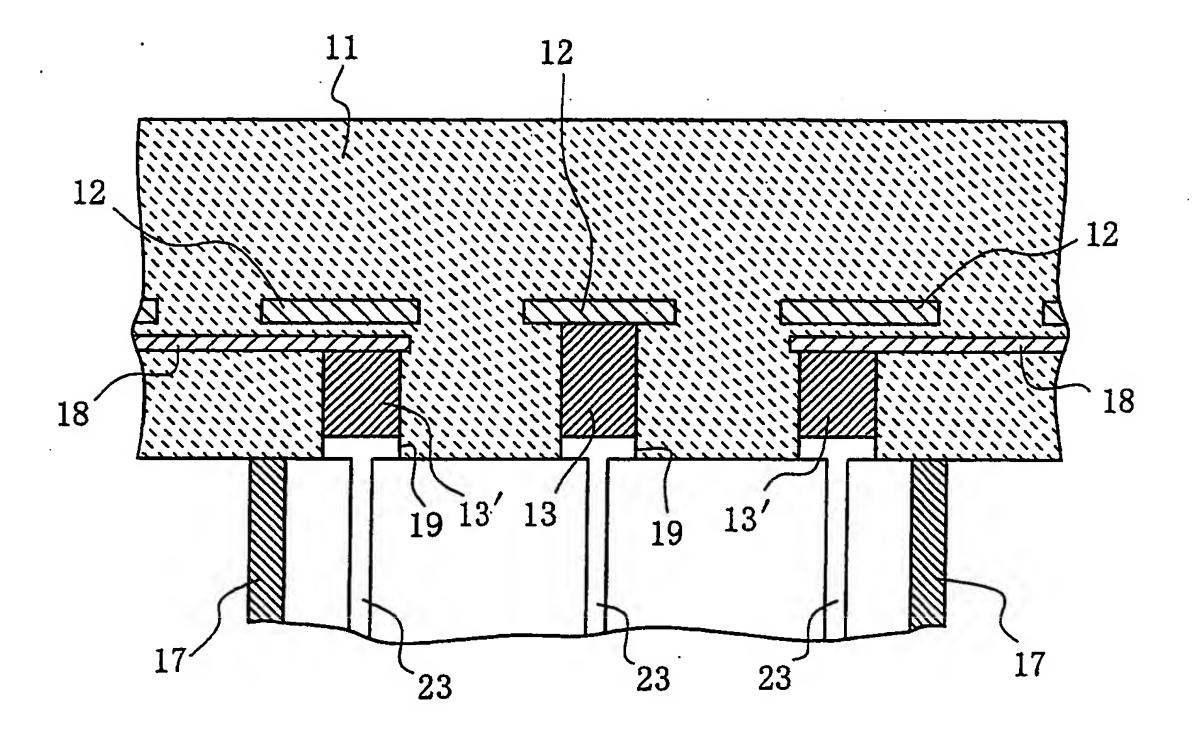


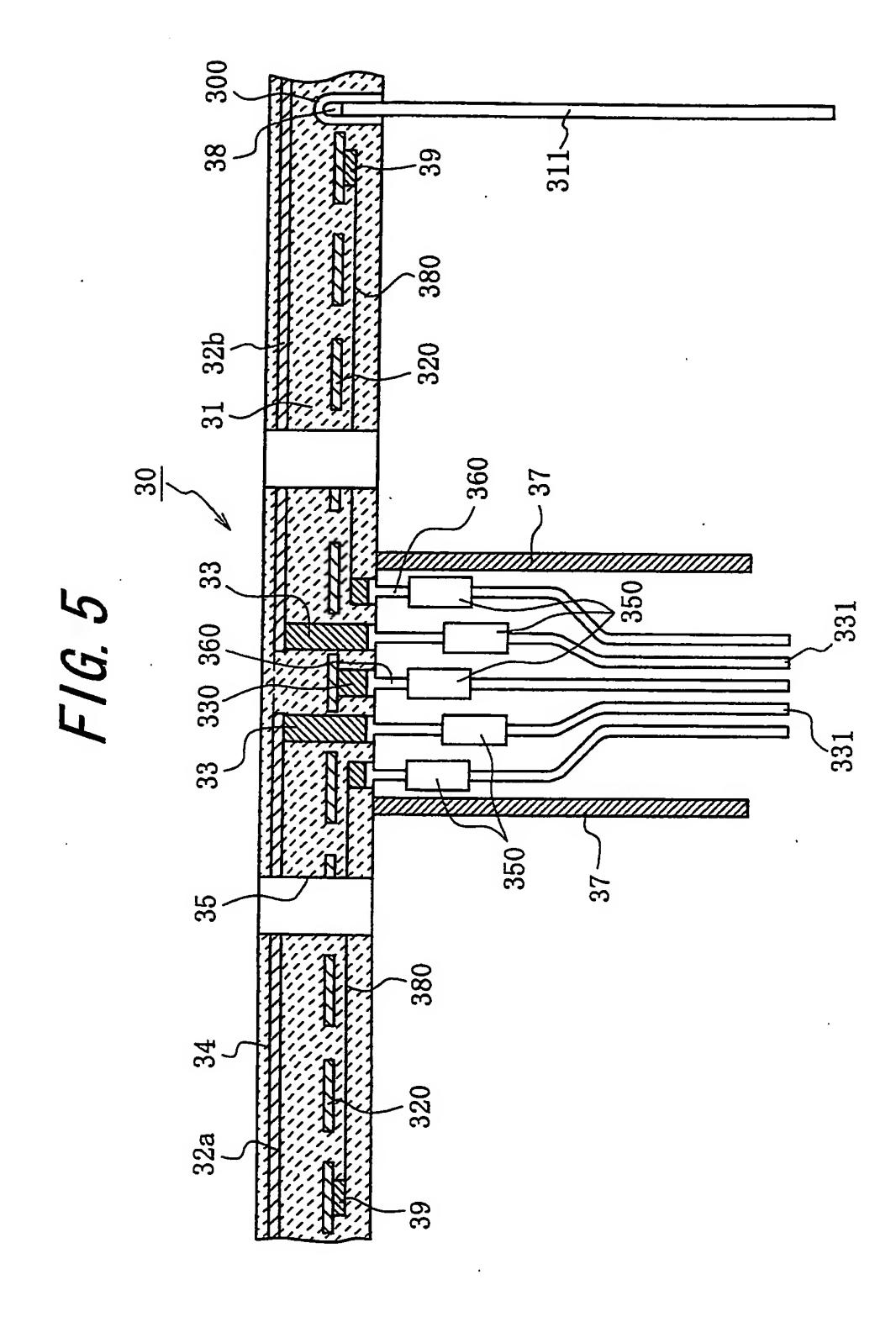
F/G. 2



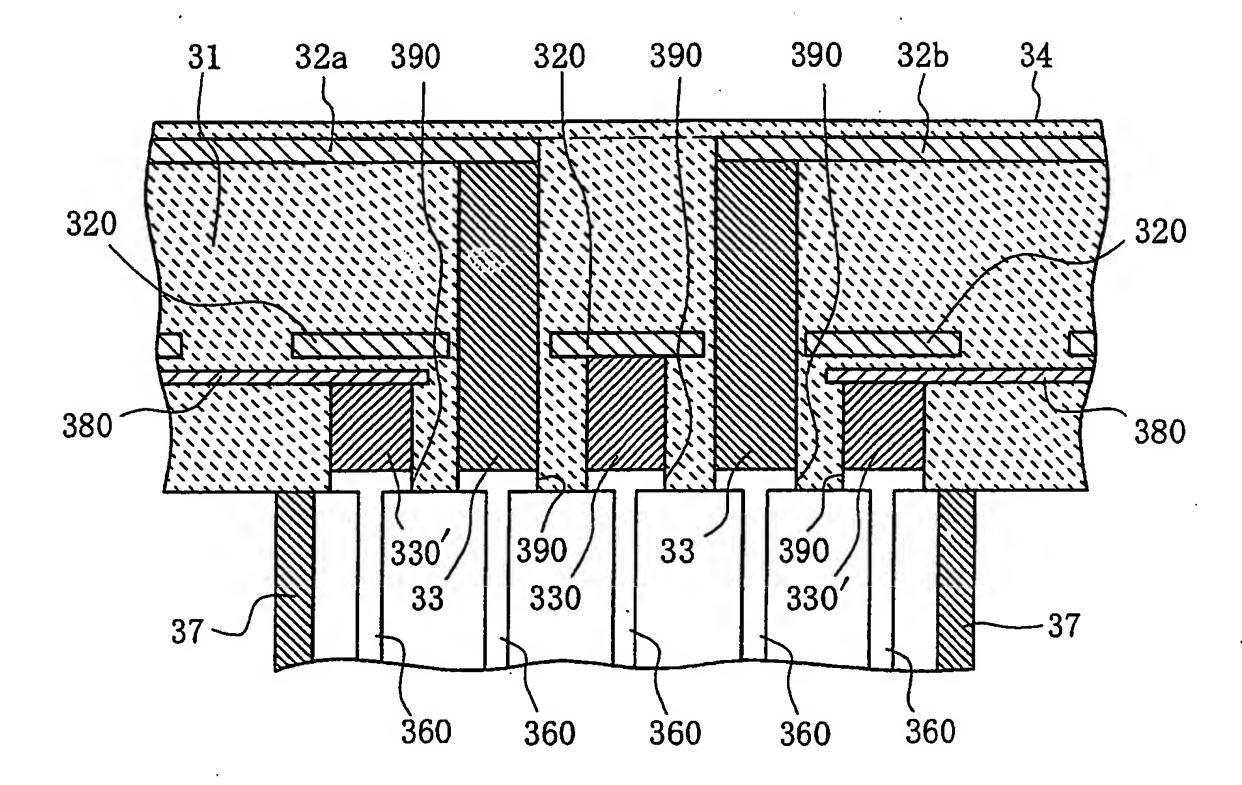


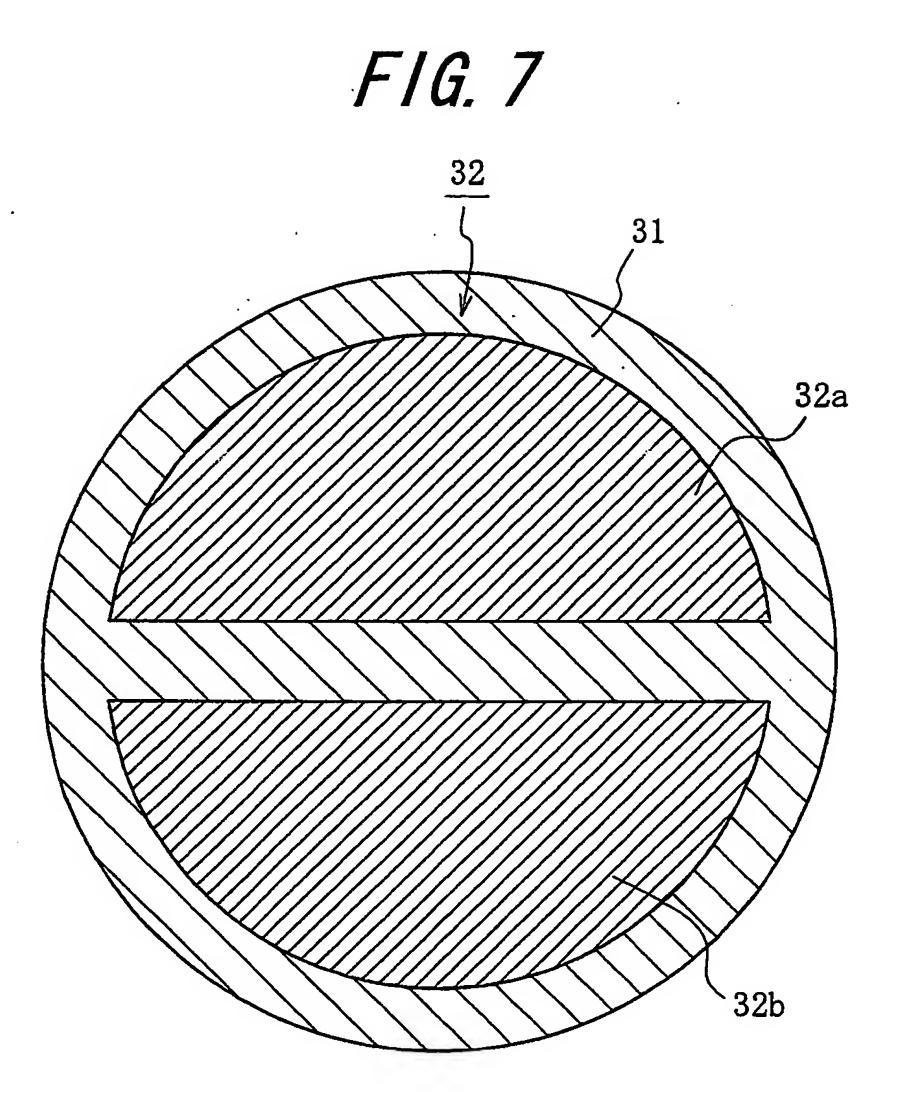
F/G. 4

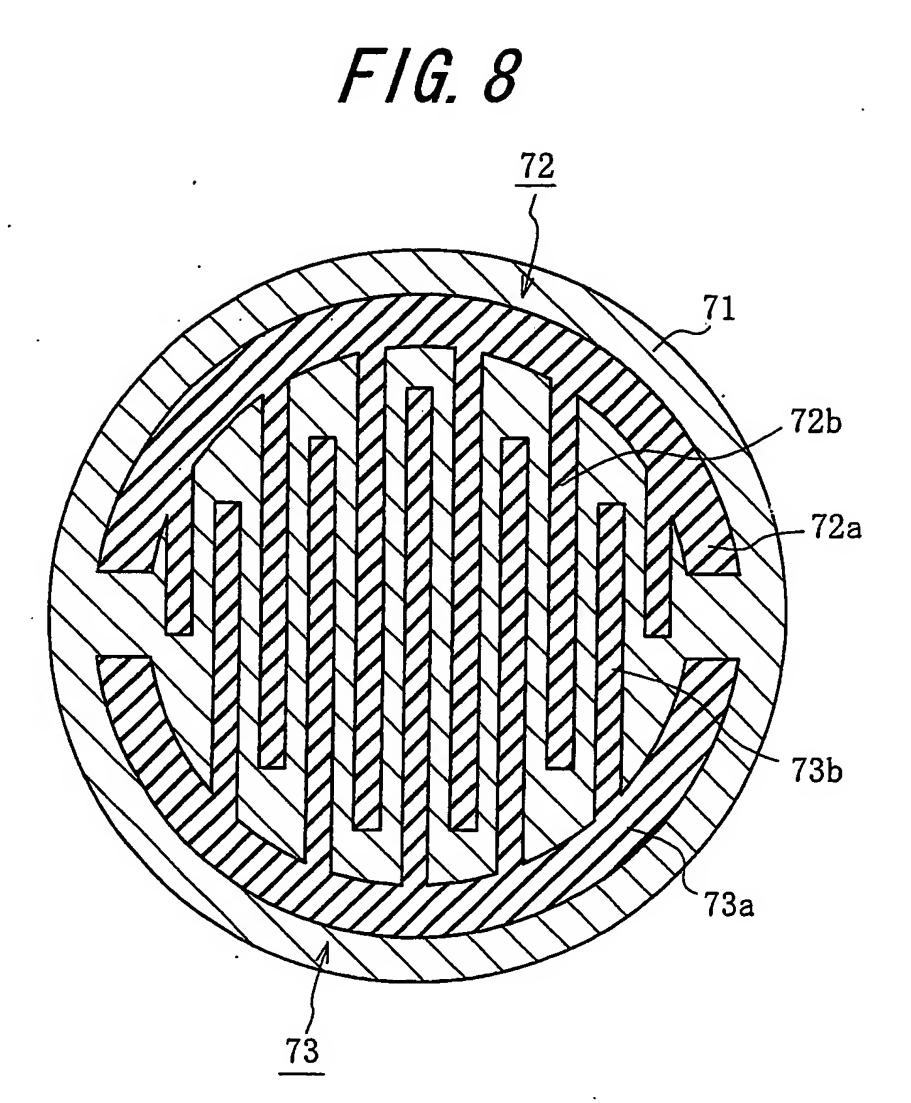




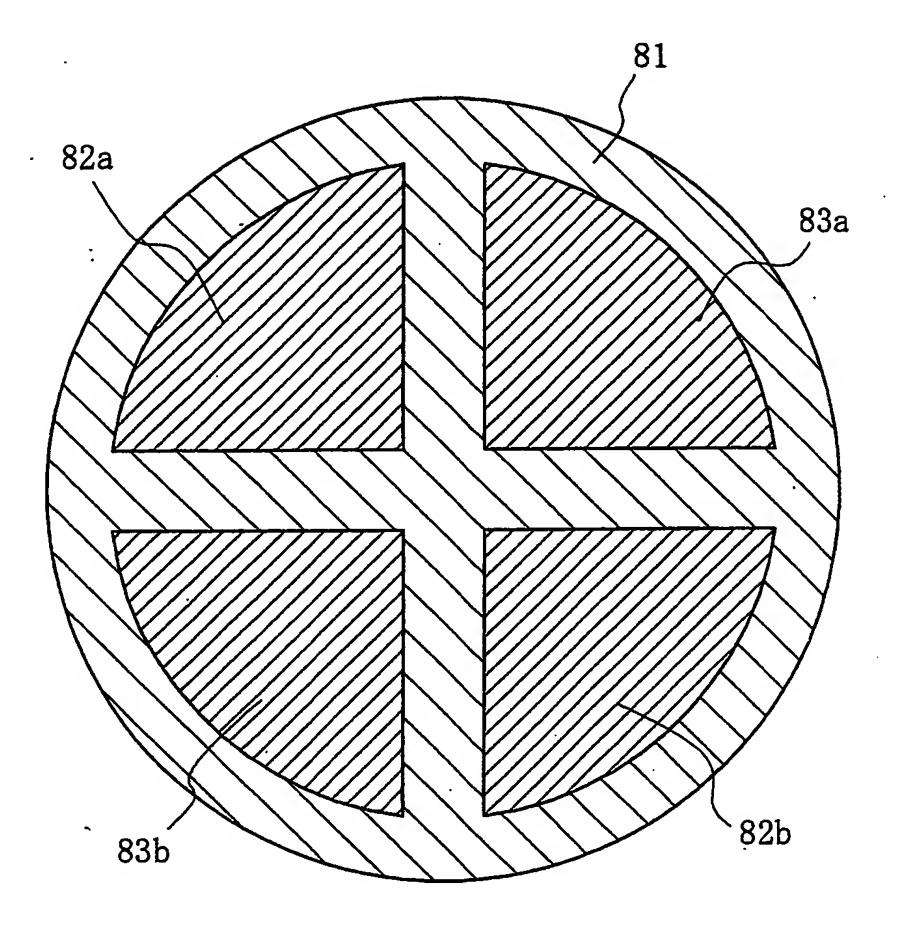
F/G. 6

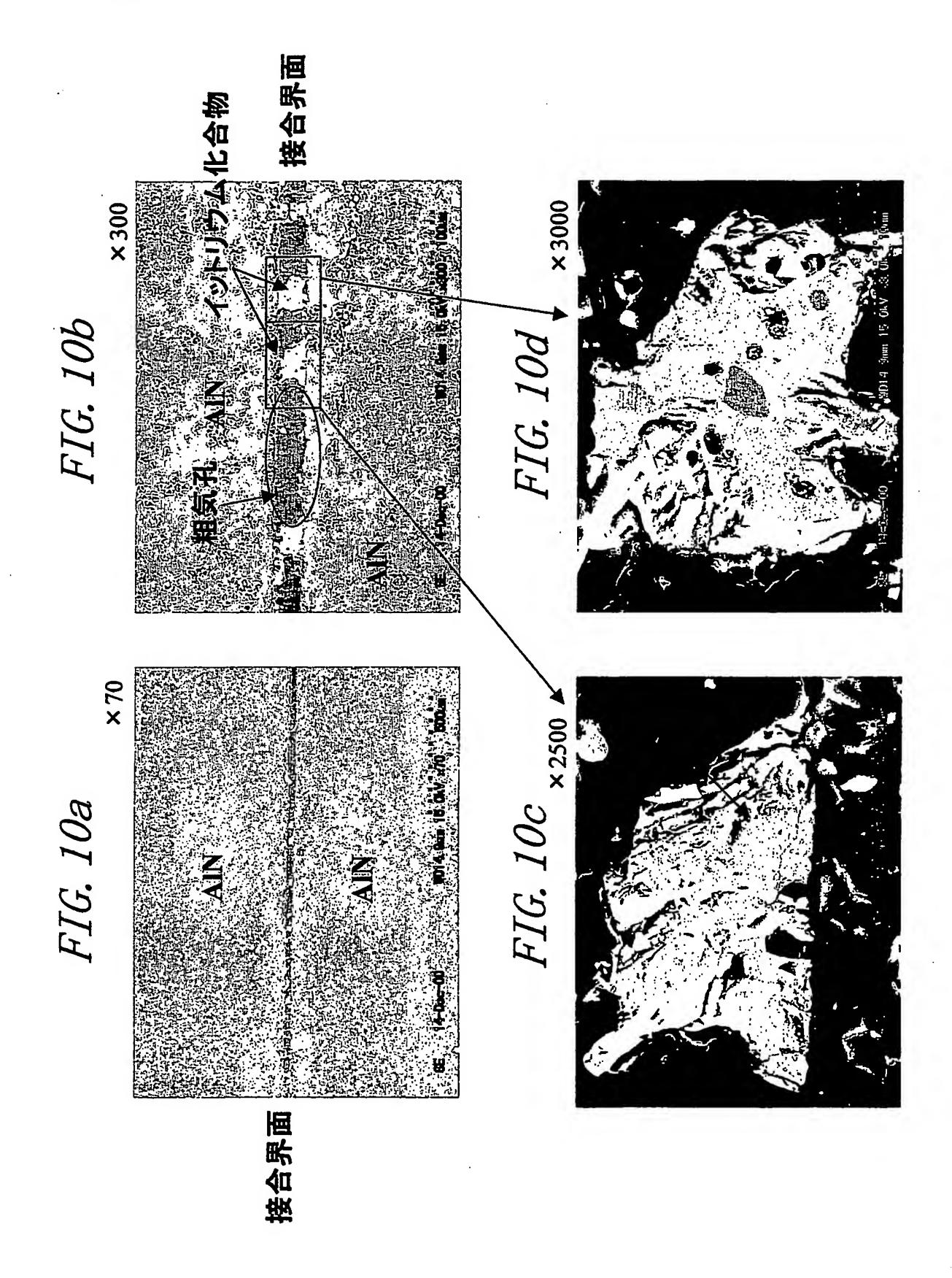


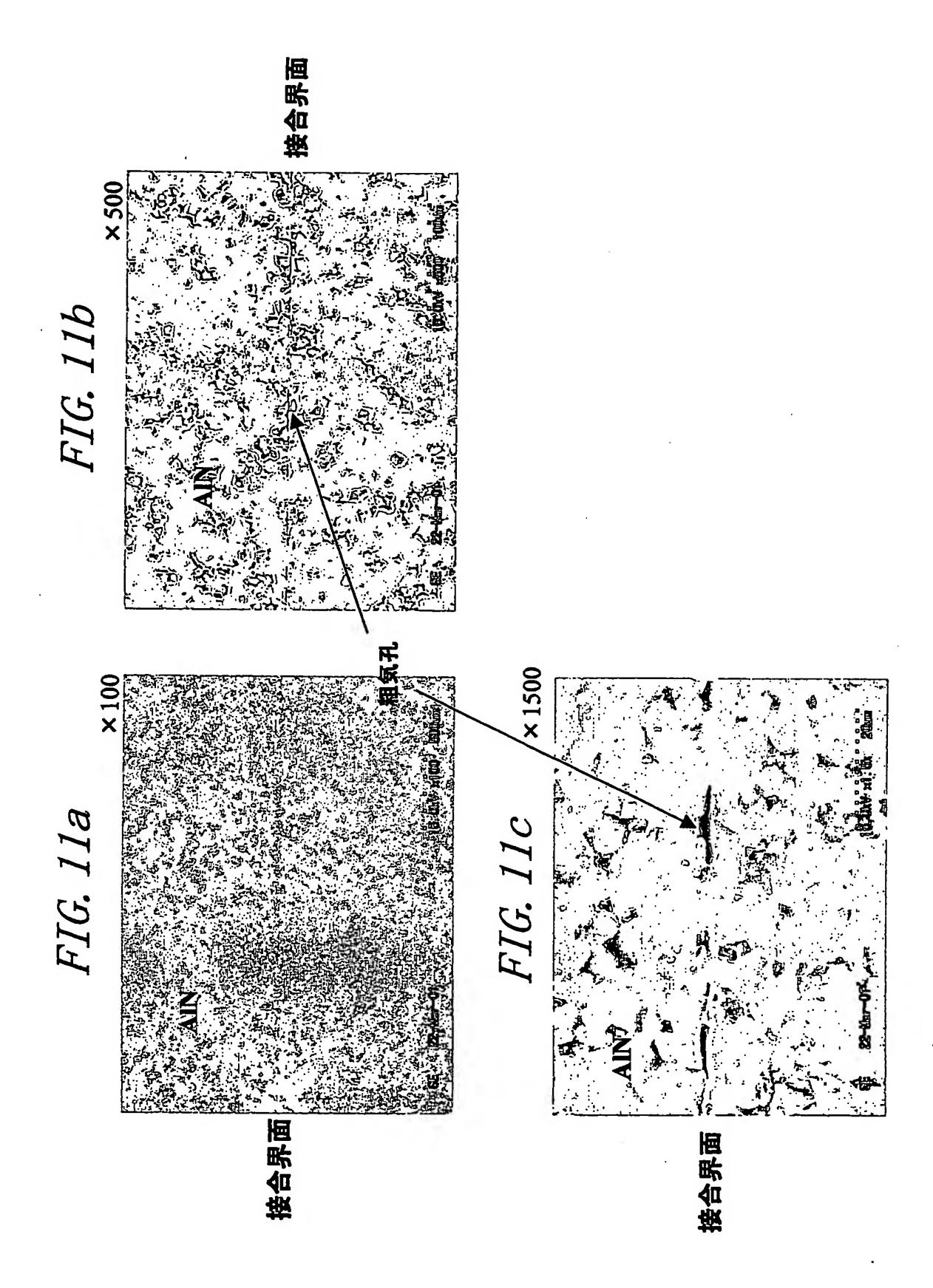




F/G. 9

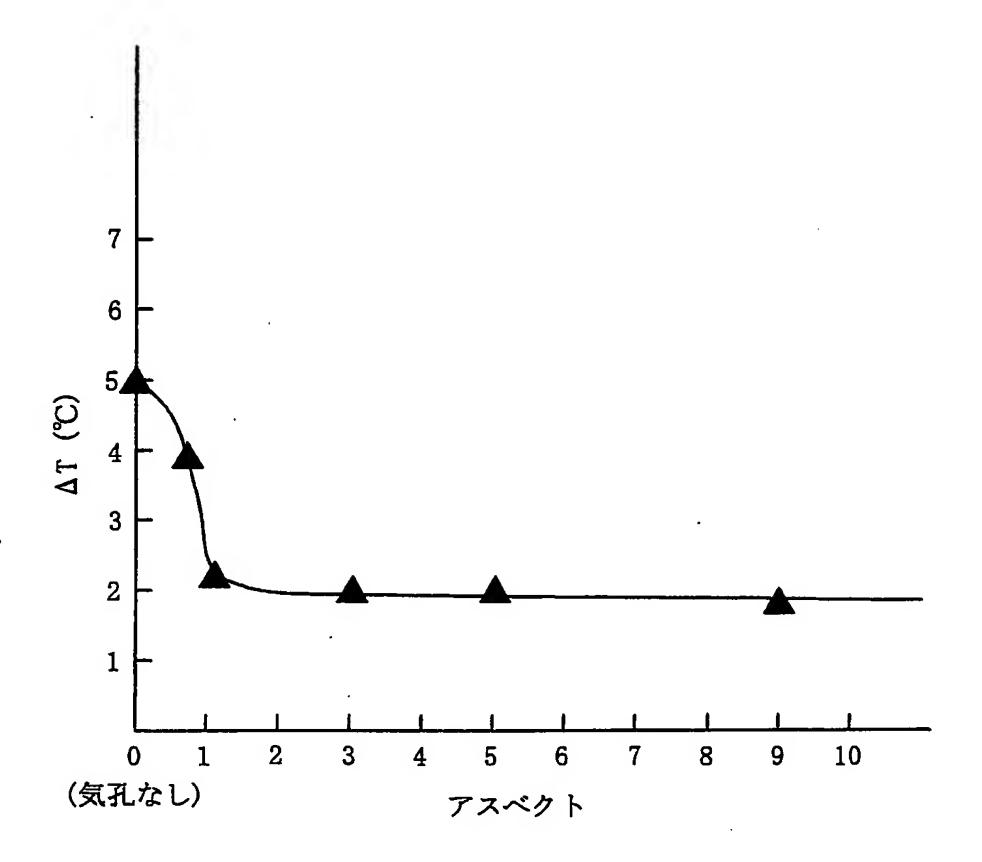






12/15

F/G. 13



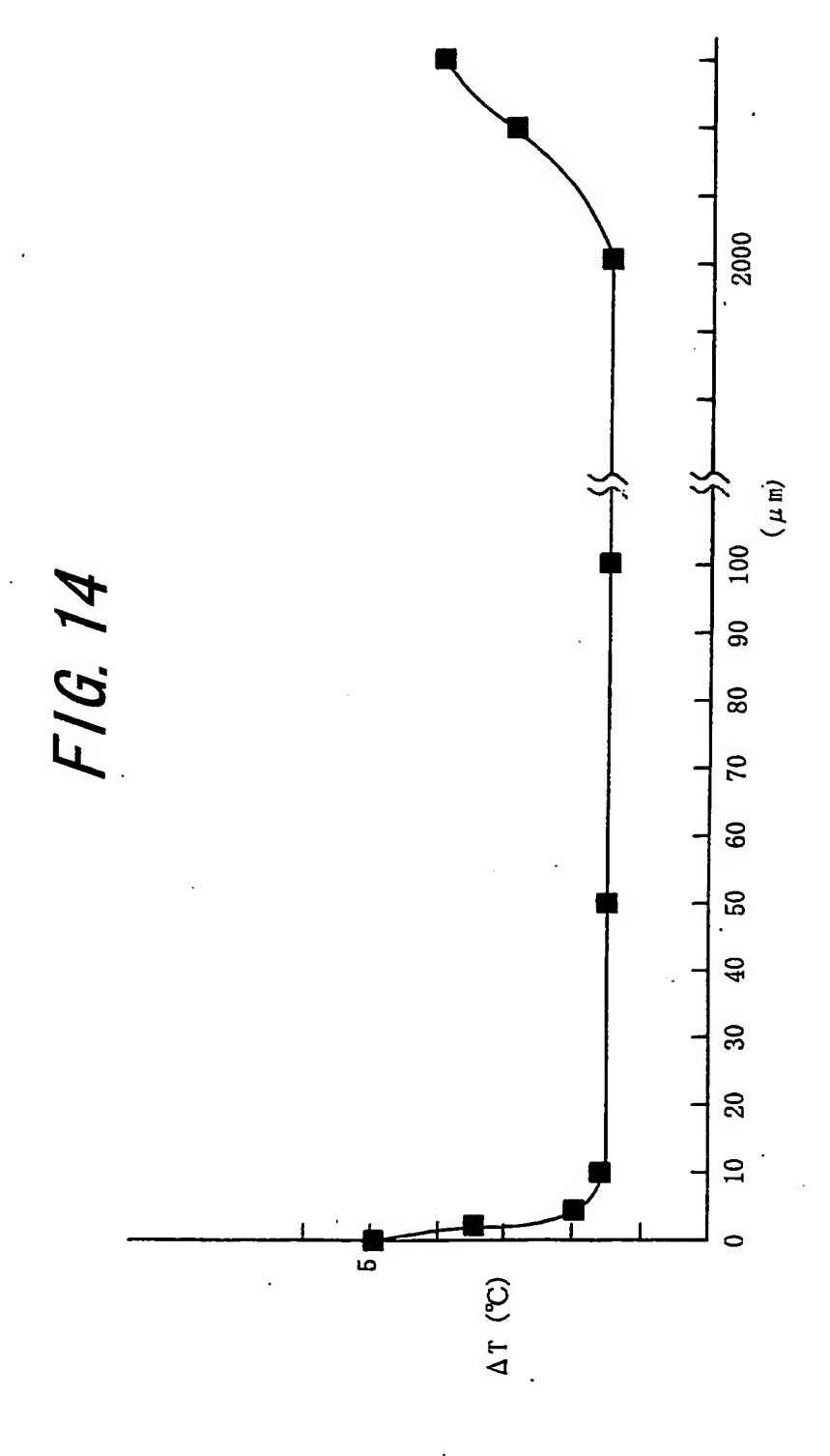


FIG. 15b

FIG. 15a

IBF-004-107-7x-2-NBO-mod:既伝符解析 時間スチック゚: 1 単位:Celebus IBF-004-107-7x-NBO-mod:IBGS解释 相固A行行:1 单位:Oulsius

気孔がある場合

気孔のない場合

15/15

BEST AVAILABLE COPY

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP02/07362

	N OF SUBJECT MATTER 104B37/00, H01L21/68				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC					
B. FIELDS SEARCH					
Minimum documental	tion searched (classification system followed to 104B37/00, H01L21/68	oy classification symbols)			
Jitsuyo Shi	ned other than minimum documentation to the nan Koho 1926-1996 tyo Shinan Koho 1971-2002	extent that such documents are included Toroku Jitsuyo Shinan Koho Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1994-2002		
Electronic data base c	onsulted during the international search (name	e of data base and, where practicable, sear	rch terms used)		
C. DOCUMENTS CO	ONSIDERED TO BE RELEVANT				
Category* Cit	tation of document, with indication, where app	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.		
A 25 A Par. & JP	.093882 Al (NGK Insulator pril, 2001 (25.04.01), Nos. [0026], [0027] [004 2001-122673 A Nos. [0019], [0030], [00	.0]	1,2 3-27		
12 J Par.	1-191959 A (Kyocera Corp. fuly, 1994 (12.07.94), No. [0003] hily: none)),	1,2		
19 J Clai	-008140 A (NGK Insulator anuary, 1993 (19.01.93), ms ily: none)	s, Ltd.),	1-27		
Further document	s are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.			
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "B" earlier document but published on or after the international filing date considered to be of particular relevance "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed Date of the actual completion of the international search 16 October, 2002 (16.10.02) "T" later document published after the international filing date of priority date and not in conflict with the application but cite understand the principle or theory underlying the invention and considered novel or cannot be considered to involve an invention can considered to involve an inventive step when the document of particular relevance; the claimed invention can considered to involve an inventive step when the document combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family Date of mailing of the international search report 29 October, 2002 (29.10.02)			ne application but cited to erlying the invention cannot be red to involve an inventive claimed invention cannot be when the document is a documents, such a skilled in the art family		
Name and mailing add	iress of the ISA/ Patent Office	Authorized officer			
Facsimile No.		Telephone No.			

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP02/07362

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2000-277593 A (Ibiden Co., Ltd.), 06 October, 2000 (06.10.00), Claims; Par. No. [0009] (Family: none)	1-27
A	US 5721062 A (NGK Insulators, Ltd.), 24 February, 1998 (24.02.98), Claims; columns 5 to 6 & JP 8-073280 A Claims; Par. No. [0020]; examples	26,27
A	JP 9-082786 A (NGK Insulators, Ltd.), 28 March, 1997 (28.03.97), Claims; Par. Nos. [0057], [0058]; drawings (Family: none)	3,7,19,27
P,A	JP 2001-223256 A (Ibiden Co., Ltd.), 17 August, 2001 (17.08.01), Par. Nos. [0026], [0032] (Family: none)	1-27
		•
	•	
	•	

Form PCT/ISA/210 (continuation of second sheet) (July 1998)

A. 発明の風する分野の分類(国際特許分類(IPC)) Int. Cl. CO4B37/00, H01L21/68 調査を行った分野 調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC)) Int. Cl. ' C04B37/00, H01L21/68 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2002年 日本国登録実用新案公報 1994-2002年 日本国実用新案登録公報 1996-2002年 国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語) 関連すると認められる文献 C. 引甲文献の 即連する カテゴリー* 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 請求の範囲の番号 X EP 1093882 A1 (NGK INSULATORS, LTD.) 2001. 0 1, 2 4. 25, [0026][0027][0040] & JP 2001-122673A 3-27 A [0019] [0020] [0037] X JP 6-191959 A (京セラ株式会社) 1994.07. 1, 2 12【0003】 (ファミリーなし) JP 5-008140 A (日本碍子株式会社) 1993. 0 A 1-27 1. 19特許請求の範囲(ファミリーなし) C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。 * 引用文献のカテゴリー の日の後に公表された文献 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって もの 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 の理解のために引用するもの 以後に公表されたもの 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す) 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 よって進歩性がないと考えられるもの 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願 「&」同一パテントファミリー文献 国際調査を完了した日 国際調査報告の発送日 29.10.02 16. 10. 02 国際調査機関の名称及びあて先 特許庁審査官(権限のある職員) 4 T 9260 日本国特許庁(ISA/JP) 近野光知 郵便番号100~8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号 電話番号 03-3581-1101 内線 3463

C(繚き).	関連すると認められる文献	
引用文献の カテゴリー*		関連する 請求の範囲の番号
	JP 2000-277593 A (イビデン株式会社) 200 0.10.06特許請求の範囲、【0009】 (ファミリーなし)	1-27
A	US 5721062 A (NGK INSULATORS, LTD.) 1998. 0 2. 24, 特許請求の範囲、第5~6欄& JP 8-07328 0 A 特許請求の範囲、【0020】, 実施例	26, 27
A	JP 9-082786 A (日本碍子株式会社) 1997.0 3.28特許請求の範囲、【0057】【0058】及び図面(ファミリーなし)	3, 7, 19, 27
PA	JP 2001-223256 A (イビデン株式会社) 200 1.08.17【0026】【0032】 (ファミリーなし)	1-27
	Į	
		•
		•